

Université
de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du
DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse)

Discipline ou spécialité :

Génie des procédés et de l'environnement

Présentée et soutenue par :

Tanya Matova

le : vendredi 26 octobre 2012

Titre :

Refroidissement de fluides complexes : étude des performances
de différentes technologies

Ecole doctorale :

Mécanique, Energétique, Génie civil et Procédés (MEGeP)

Unité de recherche :

Laboratoire de Génie Chimique - LGC

Directeur(s) de Thèse :

Catherine Xuereb, Directrice de recherches CNRS-LGC/INP, Toulouse

Martine Poux, Ingénieur de recherches INP, Toulouse

Rapporteurs :

Guillaume Delaplace, Chargé de recherches INRA, Lille

Dominique Della Valle, Maître de conférences, Laboratoire de thermocinétique, Nantes

Membre(s) du jury :

Jean-Stéphane Condoret, Professeur INP, Toulouse

George Angelov, Professeur D.Sc., Bulgarian Academy of Sciences, Sofia

На дядо...

*Life is not all about what you know,
it's about what you do not know and have to discover...*

Mike Horn

REMERCIEMENTS

C'est avec beaucoup d'émotion, de tendresse et une grande reconnaissance que j'écris cette partie de remerciements envers les gens qui ont contribué à mes travaux. Il s'agit de personnes exceptionnelles que j'ai eues la chance de rencontrer durant ces années de thèse : cette aventure académique, professionnelle et surtout humaine !

Je tiens tout d'abord à remercier mes directrices de thèse Catherine Xuereb et Martine Poux pour la confiance qu'elles m'ont accordée en me proposant ce sujet de thèse. Cathy, merci pour tes idées innovantes, pour ton soutien et pour tes sourires rassurants durant la soutenance de thèse. Martine, merci pour ta présence, tes conseils et tes inquiétudes. Je vous remercie à toutes les deux de m'avoir laissé la liberté pour mener à bien ce travail de recherche. Cela, sans doute, était parmi les « exercices » les plus difficiles mais en même temps les plus constructifs du projet. Un grand Merci !

Je souhaite remercier les membres du jury pour l'attention portée à mes travaux. J'adresse ma reconnaissance à M^{me} Dominique Della Valle et à M. Guillaume Delaplace qui ont accepté de juger ce travail et d'en être les rapporteurs. Je remercie M^{me} Della Valle d'avoir rapporté mon travail avec autant d'intérêt et d'enthousiasme, pour tous vos commentaires et vos conseils d'amélioration du manuscrit final. Merci également à M. Delaplace d'avoir rapporté ce manuscrit avec beaucoup d'attention, pour vos remarques judicieuses que j'ai vraiment appréciées et vos conseils avisés. J'adresse mes sincères remerciements à George Angelov qui a bien voulu apporter la petite touche bulgare à ce jury !

Je remercie chaleureusement Jean-Stéphane Condoret, pour m'avoir fait l'honneur de présider ce jury avec dynamisme et efficacité. Jean-Stéphane, je te remercie également pour tout ton aide durant mon travail et de m'avoir fait part de ton expertise remarquable en transfert thermique.

Je remercie Philippe Destrac de m'avoir donné la possibilité d'utiliser le réacteur De Dietrich.

Un grand Merci à la MEPI, Sébastien Elgue et Christophe Gourdon pour m'avoir prêté les mélangeurs statiques, dont j'avais tant rêvés d'utiliser ! Je te remercie Sébastien, l'expert en mélangeurs statiques, pour ta disponibilité et pour ton aide précieuse pour les calculs de pertes de charge et de transfert thermique dans les lourds fichiers Excel !

Je remercie infiniment Patrick Farquet de la société SULZER, pour toutes les informations fournies sur les mélangeurs statiques SMXL. Merci pour la rapidité et pour la précision avec lesquelles tu répondais à toutes mes questions, souvent très pointues.

Karine Loubière, je te remercie pour nos discussions enrichissantes, ton écoute et tes remarques précieuses durant mon travail ainsi que durant ma préparation d'oral de soutenance de thèse.

Merci à Marc Samazan pour ton aide pour le réacteur RC1, ainsi que pour ta bonne humeur.

Je voudrais remercier tous les membres de l'équipe technique du laboratoire pour leur aide et leurs conseils. Je remercie Marie-Line Pern pour les heures passées ensemble à résoudre les énigmes de la pseudoplasticité « Carbopolienne » ! Une vraie PRO de la rhéologie, des sourires amicaux et des encouragements, tu vas beaucoup me manquer !

Je remercie beaucoup également Christine Rey-Rouch et Marie-Line de Solan pour leur écoute et leurs encouragements.

Je remercie Alec Maunoury pour ta gentillesse, ton aide tout au long de ce projet, ton amitié et pour toutes les fois qu'on « faisait la fermeture du laboratoire » ...

Je remercie Franck Dunglas, pour ton aide technique dans la construction du pilote avec les mélangeurs statiques, tes leçons de montage/démontage du garnissage, mais surtout tu m'as tant fait rire avec tes outils qui portent tous le nom « Revient » !

Merci à Lucien Pollini pour son aide inestimable pour concevoir mon pilote SMXL.

Je remercie Jean-Louis, Lhacen, Ignace, Alain toujours de bonne humeur et prêts à dépanner.

Je remercie le personnel du LGC, Dany, Christine, Maria, Georgette, Jocelyne, Bernard, Alain et Claudine pour tout leur support et les sourires de tous les jours !

Durant ces années de thèse j'ai particulièrement apprécié les périodes dédiées à l'enseignement à l'ENSIACET de Toulouse.

Un grand merci à Anne-Marie Billet d'avoir été ma parraine dans l'enseignement, de m'avoir fait connaître les secrets de l'enseignement et ainsi d'aimer cette profession.

Merci Marie-Claude Betbeder pour ton professionnalisme sans faille et ton écoute. Merci à Hugues Vergnes pour les encouragements, pour m'avoir fait connaître le monde de la photolithographie et pour avoir accompagné mes premiers pas en salle blanche ! Merci Berthe Ratsimba pour ton esprit « perfectionniste » communicatif.

Je remercie chaleureusement Alain Lamure pour ses conseils avisés de début et de fin de thèse.

Merci à tous les doctorants et post-doctorants de LGC avec qui j'ai partagé ces années : Yao, Youen, Mallorie, Zhujun, Aras, Marc, Céline, Max, Carole, Julien, Giovanni, Raluca, Baptiste, Alain, Laurène, Nicolas, Ilyes et sans oublier Tristan (qui enfin commence à apprécier le bon thé !)...

Félicie Theron, Emeline Lobry et Miruna Dorobantu Bodoc... nous voilà Toutes Docteurs !

Félicie, merci d'avoir été mon guide dès mon arrivée au LGC, merci pour ton aide précieuse, pour ton expertise en mélangeur statique, pour tes encouragements et tes petits « + » envoyés même à distance... Emeline, merci pour ton amitié, pour les inoubliables voyages, pour les moments de gourmandise et de découvertes musicales, pour m'avoir soutenu jusqu'au bout, merci tout court... Enfin, ma Miru, merci d'avoir été toujours à mes côtés ! Merci de m'avoir donné le sourire quand rien n'allait, pour les bons moments de fou rire qui animaient tout l'étage, pour nos pauses de thé, pour nos journées chocolatées et nos discussions « Cuisine des Balkans », pour ton amitié, pour tout...

Je garde toujours une petite pensée pour mes anciens maîtres de stage dans la recherche appliquée chez L'Oréal Paris : Frédéric Baltenneck et Michel Dailly et toute l'équipe. C'est vous qui avez fait naître cette envie de faire de la recherche scientifique. Un grand Merci !

Je remercie tous mes amis bulgares, qui m'ont toujours soutenu à distance et que j'aime de tout mon cœur : Mariya, Mymy, Tess, Lubo, KoCCe...

Je remercie également tous mes amis grimpeurs pour leurs sourires et toute l'énergie positive qu'ils m'ont transmise durant les moments difficiles de la rédaction de la thèse : Max, Mika, Wannes, Antoine, Grégoire, Clara, Laureline, Sarah, Ludo, François, Coralie, Rodrigo, Pim...

Je remercie Maria-José et Bernard, ma petite famille, ici, à Toulouse. Merci pour votre soutien, vos encouragements et votre amour.

Je remercie ma famille, papa, maman, ma grande sœur et mon petit frère (qui fait déjà une tête de plus que moi !). Merci d'être toujours à mes côtés, même avec les milles kilomètres qui nous séparent. Merci pour le « Courage ! » du matin et le « Bonne nuit ! » du soir et pour votre amour sans frontières et sans limites de tous les jours ! Обичам ви!

Enfin, Manu, merci d'être là et de croire en moi, même quand moi, je n'y croyais plus.

Sourire,

Tanya

RESUME

Un grand nombre d'industries (chimiques, pharmaceutiques et agroalimentaires) utilisent, produisent ou transforment des fluides complexes. Ce sont des fluides à viscosité élevée, souvent de comportement Non-Newtonien. Leur préparation nécessite souvent une étape de chauffe suivie d'une étape de refroidissement.

La chauffe est indispensable afin de faciliter la fabrication (réaction chimique et/ou transformation physico-chimique). Le refroidissement, ou encore l'étape de finition, consiste à amener les fluides jusqu'à une température proche de la température ambiante pour aborder l'étape de conditionnement. Le refroidissement est le plus souvent réalisé « in situ » dans la même cuve agitée, équipée d'une double enveloppe (utilisée pour la fabrication). Une autre technologie peut aussi être utilisée.

Ces travaux de thèse portent sur la mise en place d'une méthodologie de pilotage de la vitesse d'agitation lors du refroidissement de fluides complexes dans des cuves agitées; ainsi que sur la comparaison des performances de la cuve agitée avec celles du mélangeur statique.

Deux fluides de travail sont testés, Newtonien et viscoplastique, en régime d'écoulement laminaire et transitoire. Nous déterminons les limites de l'influence de l'agitation sur le transfert thermique, la durée de l'opération et la quantité d'énergie consommée.

En premier lieu, le refroidissement est étudié à l'échelle laboratoire (de 0,6L). Le changement de la vitesse d'agitation au cours du refroidissement affecte le profil de température. Cela a un impact avantageux sur le coût énergétique et/ ou la durée de refroidissement.

Les tendances observées à l'échelle laboratoire sont transposées et validées à l'échelle pilote (de 60L).

Puis deux types de mélangeurs statiques sont étudiés comme technologie en continu. Nous établissons des modèles de perte de charge que nous utilisons dans la détermination de l'énergie dépensée pour le refroidissement. Ensuite nous réalisons une comparaison de leurs performances en fonction des facteurs d'efficacité de transfert thermique et de consommation énergétique.

Enfin, une brève analyse comparée est exposée, présentant les divers critères de choix entre la cuve agitée et la technologie en continu.

Mots clés : refroidissement, fluide complexe, cuve agitée, mélangeur statique, vitesse d'agitation, transfert thermique

ABSTRACT

Highly viscous Newtonian and Non-Newtonian fluids are frequently encountered in the process industries (like pharmaceutical, food and cosmetic). The preparing of such products involves heating and cooling steps. The heating stage is essential in order to facilitate the production (chemical reaction and/or physico-chemical transformation). The cooling stage, named also final, leads the fluids to ambient temperature and prepares them for the conditioning stage.

The cooling is mostly realized "in situ" in the same double jacketed stirred vessel, (used for the manufacturing). Another technology can be also used.

This study aims to investigate the cooling of highly viscous fluids, and intends to define the best conditions for controlling the impeller speed (constant or variable) in a stirred vessel; as well as to compare the performances of the stirred vessel with those of the static mixer.

Two fluids are tested: a Newtonian and a Non-Newtonian yield-stress fluid, in laminar and transitional conditions. We determine the limits of the influence of the impeller speed on the heat transfer, the duration and the energy consumption.

First, the cooling is studied in a small scale (of 0,6L). The change of the impeller speed, during the cooling, affects the profile of temperature. It has an advantageous impact on the energy cost and / or the duration of the cooling.

The observed tendencies at a small scale are transposed and validated at a pilot scale (of 60L).

Two types of static mixers are studied as continuous technology. We establish models of pressure drop, which we use in the determination of the energy consumption for the cooling. Then we compare their performances, according to the factors of heat transfer' efficiency and energy consumption.

Finally, a brief comparative analysis is exposed, presenting diverse criteria of choice between the stirred tank and the continuous technology.

Key words: cooling, complex fluid, stirred tank, static mixer, impeller speed, heat transfer

SOMMAIRE

SOMMAIRE	11
INTRODUCTION GENERALE.....	17
Chapitre I SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE.....	21
I. Généralités sur les échangeurs de chaleur utilisés pour les fluides complexes	23
I.A. Principe de base du transfert thermique à travers une paroi	23
I.B. Les dispositifs d'échange thermique classiquement utilisés en industrie	25
I.B.1. Cuve agitée	25
I.B.2. Echangeur de chaleur tubulaire	26
I.B.3. Echangeur de chaleur à plaques	27
I.B.4. Echangeur de chaleur à surface raclée	28
I.B.5. Echangeurs tubulaires améliorés. (Tubes corrugués et avec des inserts, mélangeurs statiques)	30
II. Cuve agitée	35
II.A. Les mobiles d'agitation pour les fluides visqueux	35
II.A.1. Les mobiles d'agitation classiques	35
II.A.2. Les mobiles spécifiques	36
II.B. Aspects énergétiques.....	37
II.B.1. Cas d'un fluide Newtonien	37
II.B.2. Cas d'un fluide Non-Newtonien. Concept de Metzner et Otto.....	38
II.B.3. Etudes de la puissance consommée	39
II.C. Transfert thermique.....	40
II.C.1. Détermination des coefficients d'échange	40
II.C.2. Corrélations de Nusselt	42
II.C.3. Métrologie, mesure de la température	45
II.C.4. Gradients de température au sein d'une cuve agitée	47
II.C.5. Caractérisation de la vitesse d'agitation optimale.....	48
III. Mélangeurs statiques	49
III.A. Principe des mélangeurs statiques-échangeurs de chaleur	50
III.B. Puissance de pompage. Modèles de perte charge	50
III.B.1. Cas d'un fluide Newtonien	51

III.B.2.	Cas d'un fluide Non- Newtonien	52
III.B.3.	Modèles de pertes de charge trouvés dans la littérature	55
III.C.	Energie dissipée. Comparaison du mélangeur statique avec la cuve agitée	57
III.D.	Transfert thermique.....	58
III.D.1.	Corrélations de Nusselt	58
III.D.2.	Capacité d'échange thermique. Comparaison des mélangeurs statiques avec d'autres échangeurs de chaleur	61
IV.	Conclusions.....	63
Chapitre II MATERIEL ET METHODE		65
I.	Le réacteur calorimètre - RC1e Mettler Toledo	67
I.A.	Présentation du système	67
I.A.1.	Schéma du montage.....	68
I.A.2.	Le système thermostaté.....	69
I.A.3.	Modes de fonctionnement	69
I.A.4.	Quick Cal.....	71
I.B.	Paramètres d'étude	71
I.C.	Protocole expérimental	72
I.D.	Expériences de refroidissement. Mode Tj	72
I.D.1.	Expériences de refroidissement à vitesse d'agitation constante.....	73
I.D.2.	Expériences de refroidissement à vitesse d'agitation variable - Pilotages	73
II.	Réacteur De Dietrich Optimix.....	74
II.A.	Présentation du système	74
II.B.	Schémas du montage.....	74
II.C.	Eléments du système	75
II.C.1.	Détails techniques	75
II.D.	Mesure des températures	75
II.D.1.	Sondes de mesure	75
II.D.2.	Mesure de la température de surface	76
II.E.	Acquisition des données	76
II.F.	Bain thermostaté	76
II.F.1.	Bain thermostaté Vulcatherm.....	76
II.F.2.	Bain thermostaté Lauda XT 1850W.....	77
II.G.	Protocole expérimental	77
II.H.	Mode opératoire.....	78
II.H.1.	Vitesse d'agitation constante.....	78

II.H.2.	Vitesse d'agitation variable. Pilotages	78
III.	Mélangeurs statiques SMXL	79
III.A.	Descriptif des deux géométries (type ellipse et type bande)	79
III.B.	Présentation du dispositif expérimental.....	82
III.C.	Caractérisation des performances thermo-hydrauliques des mélangeurs statiques.....	84
III.C.1.	Mesure des pertes de charge	84
III.C.2.	Protocole expérimental.....	84
III.D.	Caractérisation des performances thermiques	85
III.D.1.	Protocole expérimental.....	85
III.D.2.	Précautions.....	86
IV.	Rhéométrie.....	86
IV.A.	Présentation.....	86
IV.B.	Procédure de mesure.....	87
IV.B.1.	Glycérol	87
IV.B.2.	Carbopol	87
IV.C.	Caractérisation des fluides utilisés	88
IV.C.1.	Préparation.....	88
IV.C.2.	Importance du pH	89
IV.C.3.	Précautions.....	90
IV.C.4.	Caractéristiques.....	90
Chapitre III REFROIDISSEMENT DE FLUIDES COMPLEXES EN CUVE AGITEE. ETUDES A ECHELLE LABORATOIRE		97
I.	Paramètres de fonctionnement et caractérisation du système	99
I.A.	Vitesse périphérique	99
I.B.	Constante de Metzner et Otto, K_{MO} et régime d'écoulement	100
I.C.	Puissance et énergie dissipée	102
I.D.	Coefficient global de transfert thermique	103
I.E.	Mise en évidence de la dissipation visqueuse	103
II.	Refroidissement à vitesse d'agitation constante	105
II.A.	Fluide Newtonien	106
II.B.	Température finale de refroidissement ($T_{r\text{ fin}}$)	106
II.C.	Fluide Non Newtonien	109
III.	Influence du ratio H/D sur le refroidissement	109
IV.	Dynamique du refroidissement selon la nature du fluide	111
IV.A.	Coefficient de transfert thermique global et puissance consommée par unité de volume	

V.	Refroidissement à vitesse d'agitation variable	116
V.A.	Méthodologie appliquée pour le choix des pilotages.....	116
V.B.	Fluide Newtonien.....	117
V.C.	Fluide Non-Newtonien.....	118
V.D.	Effet de la nature du fluide	120
V.E.	Comparaison des pilotages en terme d'énergie dissipée et de durée de refroidissement.....	121
VI.	Conclusion	123
Chapitre IV REFROIDISSEMENT DE FLUIDES COMPLEXES EN CUVE AGITEE. ETUDES A ECHELLE PILOTE		125
I.	Paramètres de fonctionnement et caractérisation du système	127
I.A.	Vitesse périphérique.....	127
I.B.	Constante de Metzner et Otto, K_{MO}	127
I.C.	Nombre de Puissance	128
I.D.	Coefficient d'échange global.....	128
I.E.	Homogénéité en température au sein de la cuve agitée.	128
II.	Refroidissement à vitesse d'agitation constante	132
II.A.	Fluide Newtonien.....	133
II.A.1.	Influence de la vitesse d'agitation sur la dynamique de refroidissement	133
II.A.2.	Energie dissipée et durée de refroidissement selon la vitesse d'agitation et la température finale de refroidissement.....	135
II.B.	Fluide Non-Newtonien.....	136
II.B.1.	Influence de la vitesse d'agitation sur la dynamique de refroidissement	136
II.B.2.	Energie dissipée et durée de refroidissement selon la vitesse d'agitation et la température finale de refroidissement.....	139
II.C.	Dynamique de refroidissement selon la nature du fluide	140
II.D.	Coefficient de transfert thermique global	141
II.E.	Coefficient d'échange local.....	143
III.	Refroidissement à vitesse d'agitation variable	144
III.A.	Méthodologie appliquées pour le choix des pilotages	144
III.B.	Fluide Newtonien.....	145
III.B.1.	Comparaison des pilotages en terme d'énergie dissipée et de durée.....	146
III.C.	Fluide Non-Newtonien.....	147
III.C.1.	Comparaison des pilotages en terme d'énergie dissipée et de durée.....	149
IV.	Conclusion	152
Chapitre V REFROIDISSEMENT DE FLUIDES COMPLEXES EN MELANGEURS STATIQUES.....		155
I.	Caractérisation des pertes de charge du système	158

I.A.	Modélisation des pertes de charge	158
I.B.	Comparaison des modèles de pertes de charge avec ceux de la littérature	162
I.B.1.	Comparaison avec les corrélations de SULZER.....	163
I.B.2.	Comparaison des modèles de perte de charge avec ceux de la littérature	163
II.	Caractérisation des performances thermiques.....	166
II.A.	Coefficient de transfert de chaleur global	166
II.A.1.	Influence des internes sur le coefficient de transfert thermique global	168
II.A.2.	Etude de l'influence du débit de fluide procédé et de fluide utilité sur le coefficient de transfert thermique global. Effet de la nature du fluide.....	169
II.A.3.	Résistances au transfert thermique	172
II.B.	Etude des performances thermiques des mélangeurs SMXL	174
II.B.1.	Corrélations de Nusselt	176
III.	Efficacité des mélangeurs statiques. Facteur des performances thermiques	178
III.A.	Dissipation visqueuse.....	178
III.B.	Puissance dissipée en mélangeur statique	179
III.B.1.	Etude de la dissipation énergétique.....	180
III.C.	Facteur des performances thermiques.....	183
IV.	Conclusion	184
	SYNTHESE ET PERSPECTIVES	187
I.	Synthèse des études réalisées.....	189
I.A.	Echelle Laboratoire	190
I.B.	Echelle pilote.....	190
I.C.	Technologie en continu.....	191
II.	Critère de choix entre la cuve agitée et la technologie en continu	191
III.	Démarche pour le choix du process de refroidissement	197
IV.	Perspectives	198
	ANNEXES.....	201
	NOMENCLATURE.....	213
	OUVRAGES UTILES.....	217
	REFERENCES.....	219
	LISTE DES FIGURES	231
	LISTE DES TABLES	237

INTRODUCTION GENERALE

Un grand nombre d'industries utilisent, produisent ou transforment des fluides complexes. Ce sont des fluides à viscosité élevée, souvent de comportement non-Newtonien.

De tels fluides peuvent être rencontrés dans les industries chimiques (silicones, colles, polymères, etc...), pharmaceutiques (crèmes, gels, pommades, shampoings) et agroalimentaires (crèmes, sauces, caramel, chocolat, yaourt).

Leur préparation nécessite souvent une étape de chauffe suivie d'une étape de refroidissement. La chauffe est indispensable afin de faciliter la fabrication (réaction chimique et/ou transformation physico-chimique). Dans la plupart des cas, cette fabrication est réalisée en cuve agitée équipée d'une double enveloppe.

Le refroidissement, ou encore l'étape de finition, consiste à amener les fluides jusqu'à une température proche de la température ambiante pour aborder l'étape de conditionnement. Le refroidissement est le plus souvent réalisé « in situ » dans la même cuve utilisée pour la fabrication. Le système d'agitation contrôle alors les écoulements qui sont limitants vis-à-vis du transfert thermique en régime laminaire ou transitoire. De plus, l'agitateur dissipe par frottements visqueux une quantité d'énergie importante, qui conduit à une compétition entre les différents phénomènes.

Cette étape de refroidissement est souvent l'étape limitante de la chaîne de production en terme de durée et est énergiquement gourmande (plusieurs kilowatts par mètre cube) donc très coûteuse. A titre d'exemple, la durée de fabrication d'une émulsion cosmétologique (telle que le shampoing) peut être de vingt minutes, alors que le refroidissement demandera plus de 2 heures. Il est donc intéressant de se focaliser sur cette étape en proposant une stratégie de pilotage du refroidissement qui conduira à une diminution du coût énergétique et/ou de la durée d'opération.

Le refroidissement peut être réalisé « in situ » ou une nouvelle stratégie en continue peut être appliquée.

Les conditions de pilotage de la vitesse d'agitation doivent être définies via une approche intégrative hydrodynamique-transfert thermique-produit qui nécessite de prendre en compte :

- des propriétés rhéologiques des produits, souvent mal connues et qui évoluent très fortement avec la température ;
- de l'hydrodynamique et le transfert de chaleur ;

- de la consommation énergétique.

La viscosité des fluides complexes augmente significativement avec la baisse de la température, et la géométrie est souvent inadaptée à ces importants changements de propriétés rhéologiques. Dans le cas où les problèmes de coût énergétique et d'homogénéité au sein de la cuve (présence d'importants gradients de température et de zones stagnantes) sont très importants, le changement de technologie et le passage au continu peuvent s'avérer avantageux.

Les mélangeurs statiques, déjà utilisés industriellement, constituent une telle alternative à la cuve agitée. Ils peuvent améliorer significativement le transfert thermique, menant à une réduction de taille d'échangeur thermique ainsi que des dépenses d'exploitation. Les mélangeurs statiques promeuvent potentiellement le mélange du fluide visqueux, renouvellent le fluide à la paroi et améliorent ainsi l'efficacité du transfert thermique par convection.

Ces travaux ont donc pour objectifs principaux :

- De proposer une méthodologie de pilotage de la vitesse d'agitation lors du refroidissement de fluides complexes dans des cuves agitées, stratégie qui permettra de diminuer le coût énergétique et / ou la durée du refroidissement ;
- De comparer les performances de la cuve agitée et celles du mélangeur statique.

Le premier chapitre de cette étude est consacré à une synthèse bibliographique qui présente les principaux dispositifs d'échange thermique utilisés en industrie. Puis nous exposons en détail les informations acquises de la littérature portant sur le transfert thermique en cuve agitée munie d'une double enveloppe et dans des mélangeurs statiques, en milieu visqueux et/ou Non-Newtonien.

Dans le Chapitre II, nous décrivons les différents pilotes utilisés dans le cadre de nos travaux, les méthodes mises en œuvre pour l'acquisition des données souhaitées. Le choix des fluides modèles ainsi que le protocole suivi pour la préparation de ces derniers et leur caractérisation rhéologique.

La partie expérimentale, présentée dans le Chapitre III, étudie le refroidissement en cuve agitée à échelle laboratoire, dans un réacteur calorimétrique de volume $<1L$. Ces études préliminaires ont pour objectifs d'observer l'influence de la vitesse d'agitation constante et variable sur la dynamique de refroidissement. Nous définissons les meilleures conditions de pilotage de la vitesse d'agitation vis-à-vis de la consommation énergétique et/ou de la durée de refroidissement. Cette étude est présentée en amont des expériences réalisées à échelle pilote ($V = 60L$), dont les résultats sont

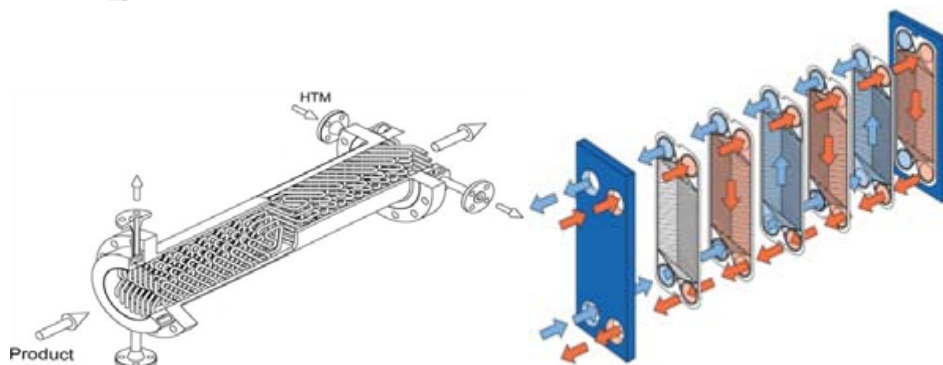
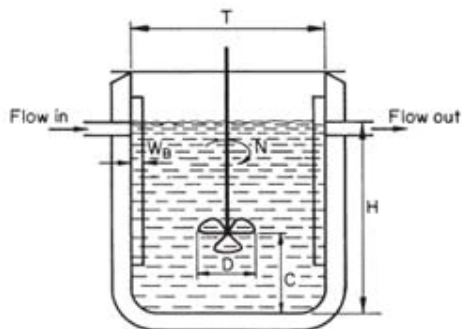
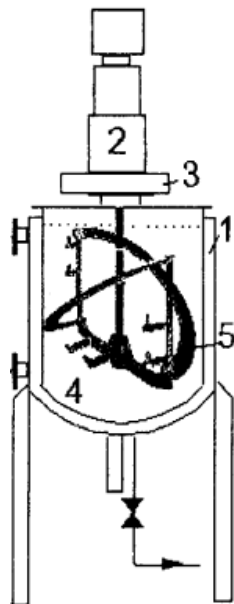
présentés dans le Chapitre IV. Nous avons analysé l'effet de changement d'échelle : le passage de l'échelle laboratoire à l'échelle pilote, et l'effet du comportement rhéologique sur la dynamique de refroidissement.

Dans le Chapitre V nous présentons le passage au continu du procédé de refroidissement, avec les mélangeurs statiques. Nous attachons un intérêt tout particulier à la caractérisation des pertes de charge et des capacités thermiques de ces échangeurs pour des fluides visqueux Newtoniens et Non-Newtoniens.

Cette étude se termine par une brève synthèse, proposant la méthodologie à appliquer dans le choix et la réalisation des pilotages de la vitesse d'agitation durant le refroidissement de fluides complexes. Nous présentons enfin une étude comparative des différents dispositifs de refroidissement : le refroidissement « in situ » dans la cuve agitée et la technologie en continu avec les mélangeurs statiques.

CHAPITRE I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE



La première partie de ce chapitre s'intéresse à présenter des échangeurs de chaleur les plus communs utilisés pour des fluides complexes. Ensuite la deuxième partie du chapitre présente une synthèse détaillée sur la cuve agitée munie d'une double enveloppe. Nous terminons le chapitre avec la présentation des caractéristiques des mélangeurs statiques en termes de consommation énergétique et d'efficacité thermique.

I. Généralités sur les échangeurs de chaleur utilisés pour les fluides complexes

I.A. Principe de base du transfert thermique à travers une paroi

Un échangeur de chaleur est un appareil dans lequel deux fluides circulent dans deux circuits séparés par une paroi permettant le transfert de chaleur du fluide chaud vers le fluide froid (voir [Figure I- 1](#)).

Le transfert thermique à travers une paroi est généralement décrit avec le coefficient de transfert de chaleur global, U . Ainsi la loi de Newton est utilisée sous la forme :

$$Q = UA\Delta T_{LM} \quad \text{I- 1}$$

Q (W) est la quantité de chaleur transférée à travers une surface d'échange A (m^2). La force motrice, ΔT_{LM} ($^{\circ}K$ ou $^{\circ}C$) est la valeur moyenne de différence de température entre le fluide chaud et le fluide froid pour l'ensemble de l'échangeur.

Sur la [Figure I- 1](#), T_c est la température du fluide chaud, T_f - la température du fluide froid ; $T_{c,e}$ est la température du fluide chaud dans la zone d'encrassement et $T_{f,e}$ - la température du fluide froid dans la zone d'encrassement ; T_{cp} est la température de la paroi côté fluide chaud et T_{fp} - la température de la paroi côté fluide froid.

Le coefficient de transfert de chaleur U peut être défini en utilisant des relations simples à partir des coefficients de transfert convectifs associés au fluide chaud et au fluide froid et de la conduction à travers la paroi.

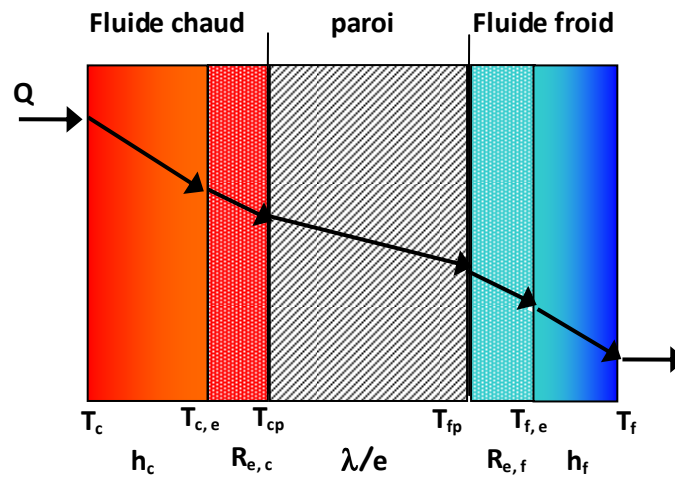


Figure I- 1: Transfert de chaleur entre un fluide froid et un fluide chaud, séparés par une paroi

L'inverse du coefficient de transfert de chaleur global est la somme des résistances au transfert thermique :

$$\frac{1}{U} = \frac{1}{h_c} + \frac{1}{h_f} + \frac{e}{\lambda} + R^* \quad \text{I- 2}$$

Où h_c et h_f sont les coefficients d'échange, du fluide chaud et du fluide froid, e est l'épaisseur de la paroi et λ est sa conductivité thermique; R^* est la somme des résistances d'encrassement. L'encrassement des parois de l'échangeur génère des résistances supplémentaires au transfert thermique et une réduction de ses performances. Cet effet doit être évité, et si cela n'est pas possible, doit être pris en compte comme une résistance au transfert.

Quand des fluides à viscosité élevée sont mis en refroidissement, la résistance initiale contrôlant le transfert thermique se trouve de côté liquide visqueux du procédé et $U \approx h_c$ (souvent noté h_i , coefficient d'échange interne).

Des méthodes détaillées de calcul du coefficient global d'échange thermique sont présentées dans les travaux de Kern (1950) et Perry et Green (1984).

Le calcul de la puissance thermique échangée est spécifique pour les différentes configurations d'échange et nous verrons sa caractérisation plus loin dans ce chapitre.

Le refroidissement des fluides complexes (de l'industrie agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétique) est réalisé dans des échangeurs de chaleur conventionnels. Ils seront présentés par la suite.

I.B. Les dispositifs d'échange thermique classiquement utilisés en industrie

Les dispositifs d'échange thermique utilisés en industrie sont :

- Cuve agitée, munie d'une double enveloppe;
- Echangeur de chaleur tubulaire (simple et à calandre) ;
- Echangeur de chaleur à plaques ;
- Echangeur de chaleur à surface raclée ;
- Echangeur de chaleur tubulaire avec des inserts, mélangeur statique ;

Par la suite nous donnons une brève présentation de ces échangeurs.

I.B.1. Cuve agitée

L'agitation prend place dans la majorité des procédés industriels, que ce soit dans le domaine agroalimentaire, chimique ou pharmaceutique. Les cuves agitées sont rarement utilisées dans le seul objectif de refroidir ou chauffer un fluide. Cependant il est souvent nécessaire d'échanger de chaleur in situ lors de la réalisation de différentes opérations (de transfert de matière par exemple). Ainsi le système d'agitation homogénéise la température au sein de la cuve contenant le fluide. L'intensité et la capacité du transfert dépendent de la structure des surfaces d'échange et de l'écoulement créé par le mobile d'agitation.

La difficulté première lors de la mise en œuvre de fluides complexes (fluides visqueux et souvent de caractère Non-Newtonien) dans des cuves agitées est l'écoulement créé, qui est de type laminaire. Ainsi les appareils d'agitation nécessaires pour le mélange de ces fluides sont spécifiques et nous en examinerons les plus communs dans la II^{ème} partie de cette synthèse bibliographique (Chhabra (2003), Paul et al. (2004) et Chhabra et Richardson (2008)).

L'échange de chaleur est effectué généralement à la paroi de la cuve équipée d'une double enveloppe où circule un fluide utilité (cf. [Figure I- 2 : \(a\)](#)). L'utilisation de surfaces immergées (comme les serpentins internes) ou des mobiles-échangeurs pour les fluides visqueux est très rare et peu conseillée afin d'éviter tout croûtage et séchage sur les parois de la surface d'échange (surtout dans le cas des serpentins internes).

Ainsi le transfert thermique réalisé dans une cuve à double enveloppe est un des dispositifs les plus rencontrés dans l'industrie.

L'écoulement du fluide utilité dans la double enveloppe peut être amélioré avec optimisation de sa géométrie et par l'ajout de chicanes et des générateurs de turbulences (cf. [Figure I- 2 : \(c\)](#)).

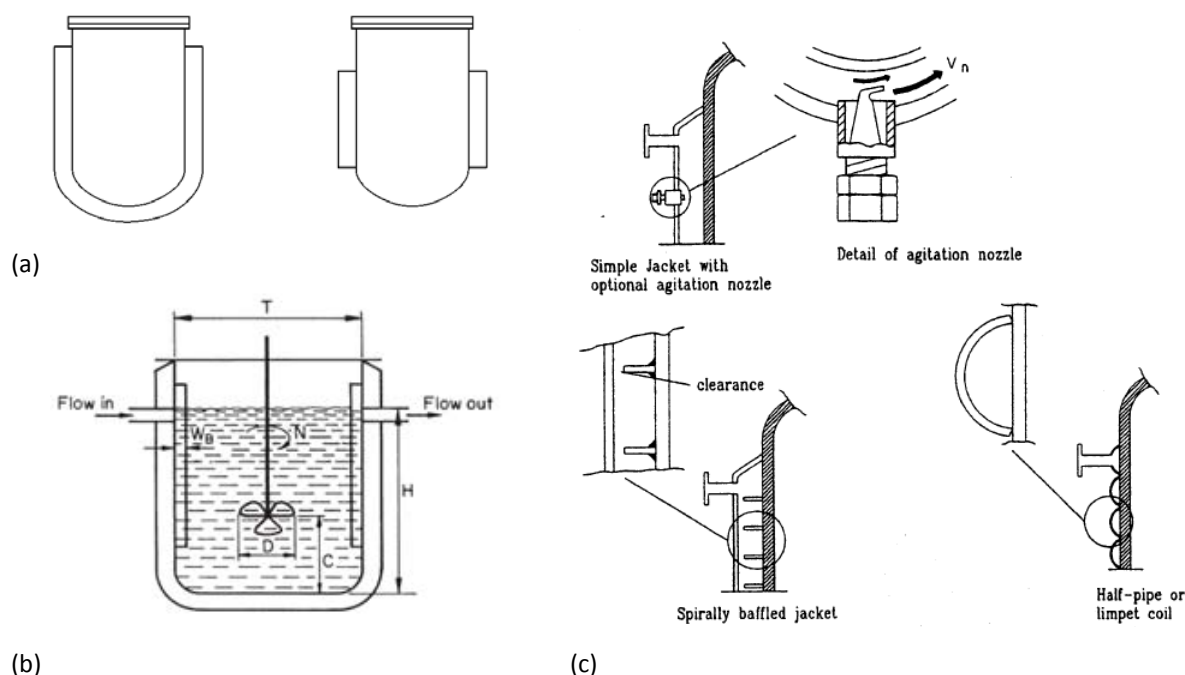


Figure I- 2 : (a) Double enveloppe simple (avec et sans fond), (b) Cuve agitée double enveloppe avec : H=hauteur du fluide, C=position de l'agitateur par rapport au fond ; N=vitesse de rotation ; D=diamètre mobile d'agitation ; T=diamètre de la cuve ; W_B=largeur des chicanes (Chhabra (2003)); (c) Exemples de dispositifs d'échange thermique, géométries améliorées (Mohan.et al. (1992))

Le coefficient d'échange global pour une cuve agitée à double enveloppe est de l'ordre de 0,8 à 2kW/m²K et varie fortement avec le type d'écoulement dans la cuve (type d'agitateur et vitesse d'agitation) et de la rhéologie du fluide. Par exemple pour la chauffe des purées de fruits avec une vitesse d'agitation de 30 à 100rpm d'un agitateur ancre le coefficient d'échange global est de 0,8 à 1,2kW/m²K (Saravacos and Moyer, 1967).

Dans notre étude expérimentale nous avons utilisé des cuves agitées équipées d'une double enveloppe simple. Ce dispositif d'échange est présenté en détail dans la II^{ème} partie de ce chapitre.

I.B.2. Echangeur de chaleur tubulaire

Parmi les divers types de dispositifs d'échange, l'échangeur tubulaire est le plus simple mais pas toujours applicable dans le cas de fluides visqueux.

L'échangeur de chaleur tubulaire est constitué de deux tubes coaxiaux : l'un des fluides circule dans le tube central et l'autre circule, la plupart du temps en contre courant, dans l'espace annulaire (cf Figure I- 3 : (a). Un échangeur tubulaire plus complexe (échangeur à faisceau et calandre) est

constitué d'un faisceau de tubes parallèles contenus dans une enveloppe : l'un des fluides circule dans les tubes et l'autre dans l'espace enveloppe (voir [Figure I- 3 : \(b\) et \(c\)](#)).

Le coefficient d'échange global pour des fluides agroalimentaires, peu visqueux est de l'ordre de $1,5\text{kW/m}^2\text{K}$, pour des fluides visqueux il est autour de $1\text{kW/m}^2\text{K}$, et pour des huiles végétales il est de $0,8\text{kW/m}^2\text{K}$ (si le fluide de refroidissement est de l'eau) (cf. Perry et al. (1984), Maroulis et Saravacos (2003)).

L'entretien de ce type d'échangeur est assez compliqué (bouchage, encrassement, fuites...), son aire d'échange est réduite et il est peu conseillé pour les fluides visqueux.

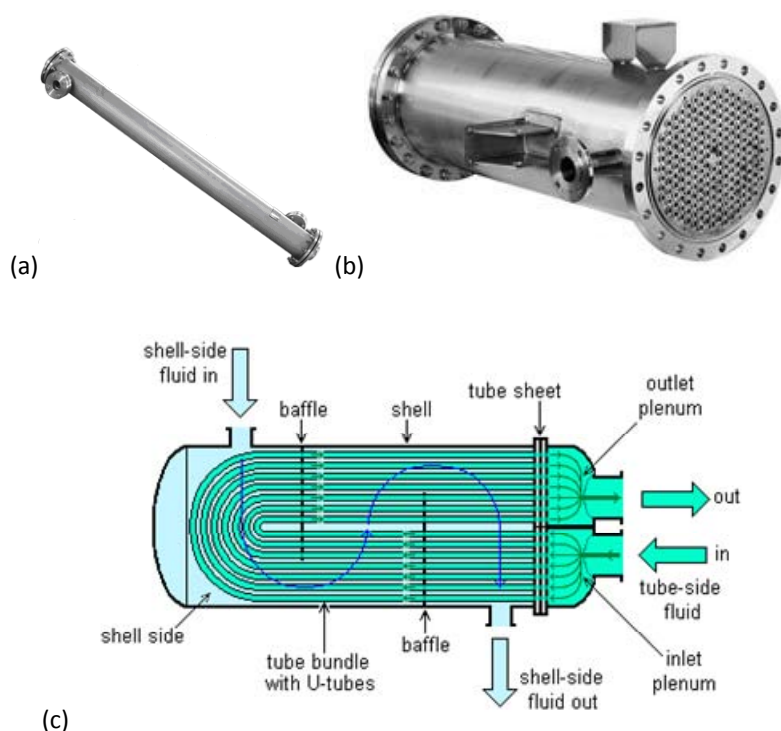


Figure I- 3 : Echangeur de chaleur tubulaire : (a) Tube simple (monotube); (b) Echangeur de chaleur à calandre ;

(c) Présentation schématique d'un échangeur de chaleur (Echangeur à tube en U)

I.B.3. Echangeur de chaleur à plaques

Les échangeurs de chaleur à plaque sont largement utilisés grâce à leur grande efficacité thermique, leur design compact, hygiénique et autonettoyant (Thonon et Tochon, 2004).

Ce type d'échangeur est constitué de plaques minces ondulées qui sont assemblées soit à l'aide de joints, soit par brasage ou par soudage (cf. [Figure I- 4 :](#)).

L'avantage principal de ce type d'échangeur est sa compacité. En effet, ce dispositif permet une grande surface d'échange dans un volume limité. Les échangeurs à plaques sont très utilisés dans l'industrie agroalimentaire (par exemple dans l'industrie laitière, la pasteurisation du lait, et depuis peu dans le refroidissement (de 45°C à 20°C) de yaourt brassé (cf. Afonso et al. (2003) et Béal et Sodini (2003)).

Les plaques sont généralement en acier inoxydable en particulier dans l'agroalimentaire pour des raisons évidentes d'hygiène et de santé publique.

Ces échangeurs sont dits compacts dès lors que leur compacité dépasse les $700 \text{ m}^2\text{m}^{-3}$ (Shah et Mueller (2002)).

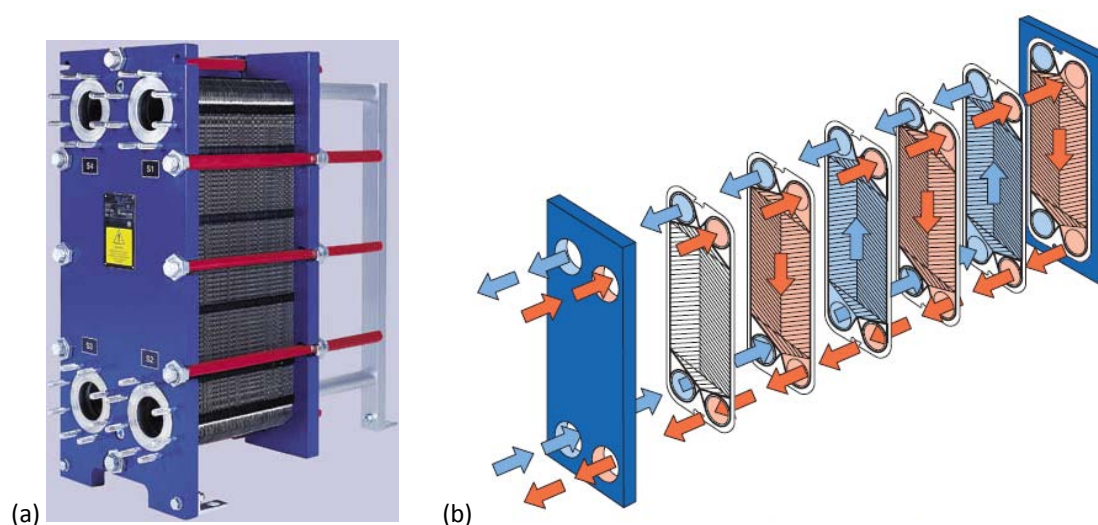


Figure I- 4 : (a) Echangeur de chaleur à plaques Alfa Laval ; (b) Principe d'écoulement (image provenant du site web Alfa Laval : www.alfalaval.com)

Le coefficient d'échange global pour les fluides alimentaires de viscosité apparente jusqu'à 1Pa.s est de l'ordre de $3\text{kW/m}^2\text{K}$ et, pour les huiles végétales de viscosité de 0,1Pa.s (l'huile d'olive) à 1Pa.s (l'huile de ricin), il est de $0,8\text{kW/m}^2\text{K}$ (cf. Maroulis et Saravacos (2003)).

I.B.4. Echangeur de chaleur à surface raclée

La majorité des échangeurs à surface raclée (surface scraped heat exchanger, SSHE) consistent en un cylindre avec double enveloppe, muni d'un axe rotatif porteur de lames racleuses (voir Figure I- 5 : (a) cf. Bolliger et al. (1998)). Le produit est pompé à travers le cylindre tandis que le fluide de refroidissement circule entre le cylindre et la double enveloppe. Le fluide peut être de l'eau ou un réfrigérant tel que le fréon.

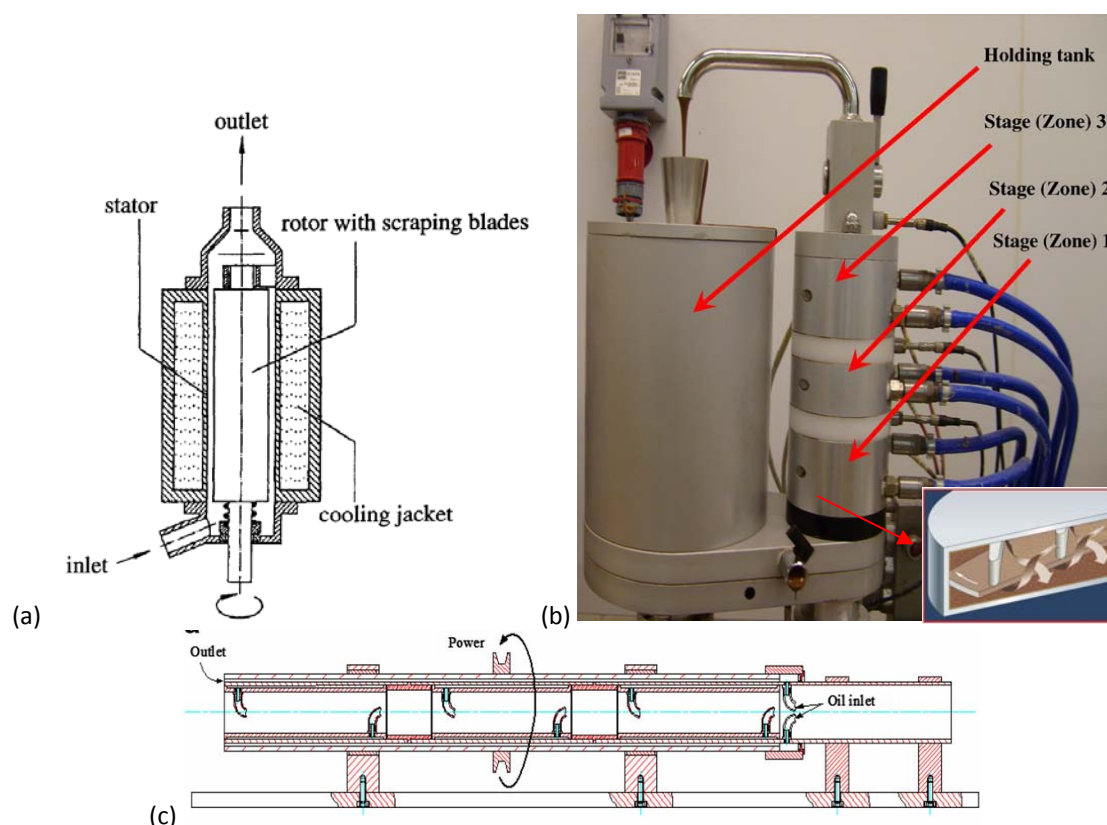


Figure I- 5 : Echangeur de chaleur à surface raclée : (a) type vertical, Bolliger et al. (1998); (b) Tempéreuse, AASTED Microvert, cf. Afoakwa et al. (2008) ; (c) type horizontal, cf. Maleky et al. (2008)

Ce type d'échangeur est idéal pour utilisation en industrie laitière et alimentaire, le SSHE est conçu pour chauffer, stériliser et refroidir des produits contenant des particules jusqu'à 30-50 mm ou des produits très visqueux. L'échangeur de chaleur à surface raclée (SSHE) peut être opéré en position horizontale ou verticale. Le diamètre de tube utilisé dans la pratique est de 15 mm (interne) et de 20 mm (externe). La vitesse de l'agitation du racleur est dans l'ordre de 500-700 rpm.

Les valeurs typiques de coefficient de transfert de chaleur global U sont de l'ordre de $0,5 \text{ kW/m}^2\text{K}$ à $1 \text{ kW/m}^2\text{K}$, ce qui est relativement faible, à cause de la résistance importante due à l'épaisseur de la paroi du tube. Afin d'obtenir un flux de chaleur plus important, il est utilisé une plus grande différence de température ΔT , entre le fluide utilisé et le fluide procédé autour de 25°C . Ceci est une différence importante, comparé aux échangeurs à plaque (dont l'ordre de grandeur est de 5°C). Ce type d'échangeur est très coûteux et son utilisation est justifiée dans le cas de fluide très visqueux et/ou des suspensions.

Nous pouvons donner un exemple provenant de l'industrie chocolatière. Le tempérage (ou la pré-cristallisation) du chocolat est une des opérations la plus délicate dans sa chaîne de production. Le

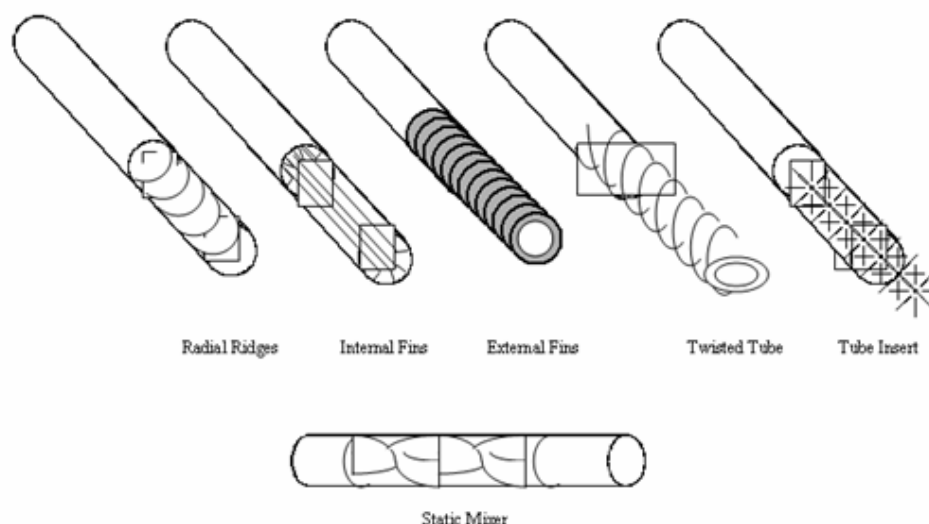
chocolat est une fine dispersion de particules de poudre de cacao et de sucre dans une phase continue de beurre de cacao. Le tempérage représente plusieurs étapes consécutives de chauffes et de refroidissements contrôlés, sous cisaillement important. Cela dans le but d'obtenir un chocolat onctueux et fondant dans la bouche (les Beta V cristaux), un aspect lisse et brillant ainsi qu'une plus longue durée de conservation (cf. Afoakwa et al. (2008)). La forme V a un point de fusion assez élevé pour qu'à l'état solide, elle soit assez ferme et brillante à T_{amb} , mais cependant pas trop haute afin qu'elle puisse fondre en bouche. Pour pouvoir réaliser avec succès ce procédé, des échangeurs de chaleur à surface raclée spécialement pour l'industrie chocolatière ont été conçus (les machines tempéreuses, voir [Figure I- 5 : \(b\).](#)). Ainsi les trois paramètres : température, taux de cisaillement et durée des étapes sont contrôlés avec une grande précision.

Nous pouvons citer ici des auteurs qui ont étudié le tempérage du chocolat: Loisel et al. (1997), Bolliger et al. (1998), Afoakwa et al. (2008), Maleky et al. (2008).

I.B.5. Echangeurs tubulaires améliorés. (Tubes corrugués et avec des inserts, mélangeurs statiques)

Dans le but d'augmenter la capacité des échangeurs à transférer la chaleur, l'amélioration du design des échangeurs de chaleur occupe une position de plus en plus importante (Lundsford (1998)). Pour la mise en place de procédés avec des fluides visqueux et/ou Non-Newtoniens les techniques les plus connues sont :

- Tubes corrugués
- Tubes avec des inserts simples
- Mélangeurs statiques



**Figure I- 6 : Exemples d'amélioration du transfert thermique pour les échangeurs de chaleur tubulaires
(cf. Lundsford (1998))**

Certaines de ces technologies sont présentées par la suite :

I.B.5.a) Tubes corrugués

Ces tubes ont une surface non lisse, qui permet d'accroître la pseudo turbulence de l'écoulement et donc le coefficient d'échange.

Rozzi et al. (2007) ont travaillé avec des fluides de l'industrie agroalimentaire de nature Newtonienne et Non-Newtonienne (comme le jus d'orange, les purées de pomme et d'abricot). Ils ont comparé les performances des tubes corrugués avec celles des tubes lisses. En régime d'écoulement transitoire les auteurs observent une amélioration significative de l'échange de chaleur par rapport au tube lisse. Cette amélioration est cependant négligeable en régime laminaire.

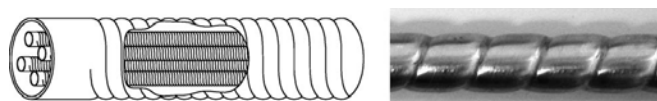


Figure I- 7 : Présentation de tubes corrugués, utilisés dans les études de Rozzi et al. (2007)

I.B.5.b) Tubes avec des internes, (twisted pipes)

Les tubes possédant des internes « Twisted tubes » sont récemment étudiés par de nombreux auteurs : Wondcharee and Eimsa-ard, (2010), Jaisankar et al. (2009), Sarada et al. (2010), Eimsa-ard et al. (2010), Saha (2001) et Yadav, (2009). Ces internes ont au présent une importante application industrielle, mais ils (comme les tubes corrugués) sont plus performants pour les procédés de

transfert de chaleur en régime d'écoulement turbulent et des fluides peu visqueux ou bien rhéofluidifiants. Ainsi ils ne sont pas étudiés plus en détail dans cette synthèse bibliographique.

I.B.5.c) Mélangeurs statiques

L'application des mélangeurs statiques en tant qu'échangeurs de chaleur pour des fluides complexes est basée sur l'utilisation de l'énergie mécanique du flux pour promouvoir un mélange radial au travers du mélangeur. L'objectif est d'obtenir une homogénéisation du profil de vitesse ainsi qu'une homogénéisation en température sur la section de l'écoulement visqueux (Meyer 2005).

Le principe du mélange est la division du flux en plusieurs couches dynamiques au travers de la structure métallique statique et leurs recombinaisons définies en fonction du choix de géométrie. Par conséquent, le profil de l'écoulement et de la température peuvent être comparés à celui d'un piston idéal, comme indiqué dans la Figure I- 12 (b) (d'après Heierle (1994)).

Les avantages d'un mélangeur statique incluent des bas coûts de fonctionnement et de maintenance, peu d'encombrement, aucune pièce mécanique, structure « autonettoyante » et homogénéité du cisaillement. Avec l'utilisation des mélangeurs statiques le contrôle de la qualité du produit final est facilité. En outre, des mélangeurs statiques sont caractérisés par une basse consommation énergétique et une installation et utilisation faciles (Rakoczky et al. (2010)) facilité de chargement et de vidange, de nettoyage, robustesse et souplesse d'utilisation du matériel.

Dans la Table I- 1 nous présentons les géométries des mélangeurs statiques les plus utilisés dans les études : les échangeurs de chaleur monotubes SMX, les SMXL de Sulzer et les KMS de Kenics.




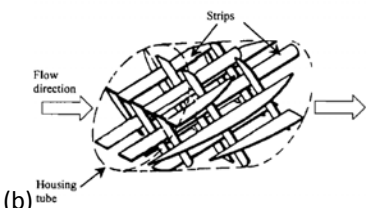
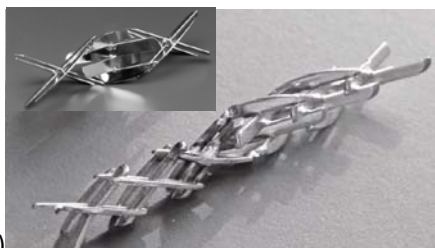
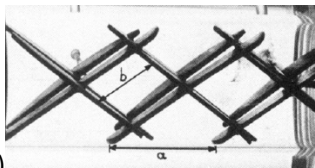
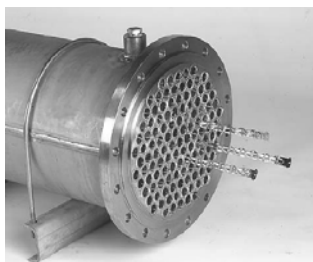

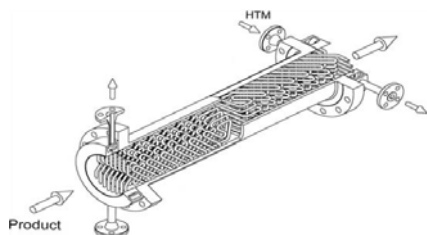
Nom	Présentation du mélangeur	
KMS, Kenics (type hélice)	(a) 	(b) 
Images : (a) et (b) Chemineer		
SMX, Sulzer (barres à 45°)	(a) 	(b) 
Images : (a) Zalc et al. (2002) ; (b) Morancais et al. (1999)		
SMXL, Sulzer (SMX avec des barres allongées, 30°)	(a) 	(b) 
Images : (a) Sulzer et Fleury (1993) ; (b) Bourne et al. (1992)		
SMXL, Sulzer, Multitube		
Image : Sulzer		
SMR, Sulzer, réacteur polymérisation	(a) 	(b) 
Images : (a) et (b) Sulzer		

Table I- 1 : Mélangeurs statiques (Images d'après les sites web de Chemineer et Sulzer, et les auteurs : Fasano et Rayans (1988), Bourne et al. (1992), Fleury (1993), Morancais et al. (1999), Zalc et al. (2002))

Thakur et al. (2003) ont publié une revue complète sur l'état de l'art des mélangeurs statiques. Cependant peu d'études ont été faites sur des systèmes impliquant des fluides visqueux et/ou de nature Non-Newtonienne.

Sur la Figure I- 8 (a) nous illustrons un exemple d'application industrielle des mélangeurs statiques de type SMXL comme alternative aux échangeurs classiques utilisés dans l'étape de tempérage du beurre de cacao. Nous y distinguons les divers stades consécutifs de refroidissement et de chauffe. L'avantage ici devant les échangeurs de chaleur à surface raclée, SSHE, ou les tempéreuses, est le coût de l'installation réduit.

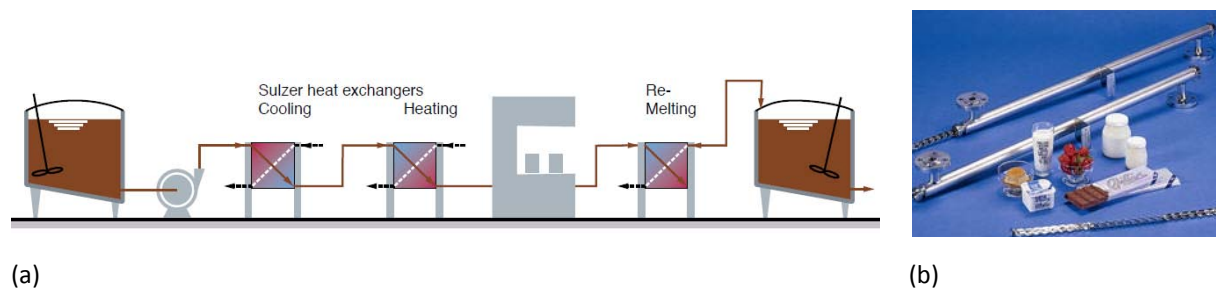


Figure I- 8 : Application des mélangeurs statiques-échangeurs dans l'industrie chocolatière : (a) Tempérage du chocolat (b) Mélangeurs statiques SMXL, monotubes ; (images provenant du site web Sulzer :

www.sulzer.com)

D'autres applications des mélangeurs statiques sont présentées dans les travaux de Tauscher (1996). Il récapitule plusieurs exemples d'unités industrielles de mélangeurs statiques Sulzer (SMX, SMXL et SMR).

Dans cette première partie de la synthèse bibliographique nous avons exposé une brève présentation des dispositifs d'échange thermique les plus connus en milieu visqueux. Par la suite une analyse plus détaillée sera présentée pour la cuve agitée double enveloppe et le mélangeur statique, techniques utilisées dans la partie expérimentale de cette thèse.

II. Cuve agitée

II.A. Les mobiles d'agitation pour les fluides visqueux

La difficulté première pour la mise en œuvre de fluides complexes dans la cuve agitée est l'écoulement créé, qui est de type laminaire ou de transition. Les appareils d'agitation nécessaires pour le mélange de fluides visqueux sont spécifiques et nous en examinerons les plus communs.

De manière générale, plus un fluide est visqueux, plus il est essentiel de choisir un agitateur balayant tout le volume de la cuve afin d'éviter l'existence de zones mortes. Les vitesses d'agitation utilisées sont généralement basses.

Sur la [Figure I- 9](#) sont présentés des mobiles d'agitation les plus communs et ainsi que leur application en fonction de la viscosité des fluides.

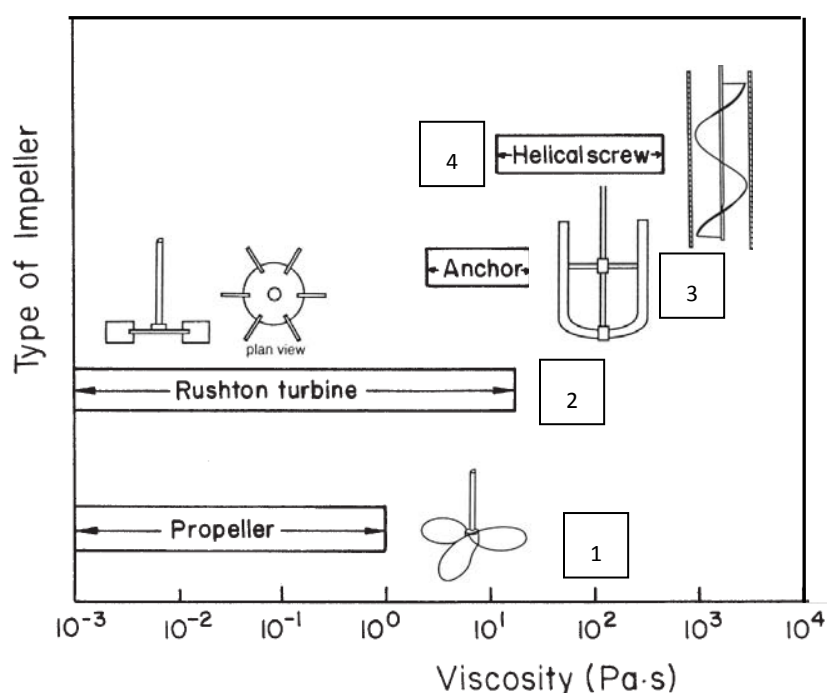


Figure I- 9 : Choix du mobile d'agitation en fonction de la plage de viscosité de travail : 1. Hélice ; 2. Turbine de Rushton ; 3. Ancre ; 4. Ruban hélicoïdal (schéma développé à partir de Niranjani et al. (1994) et Chhabra R.P. (2003))

II.A.1. Les mobiles d'agitation classiques

Dans de nombreuses applications nous retrouvons les agitateurs classiques comme les hélices et les turbines. Cependant leur domaine d'application ne dépassera pas une valeur de viscosité de 1 à $10 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ (Xuereb et al. (2006)). Cette limite dépassée, il existe des risques de développement de zones mal brassées.

II.A.2. Les mobiles spécifiques

Le mouvement que les agitateurs créent au sein du fluide est directement responsable de l'efficacité du mélange et du transfert de chaleur. Les mobiles de proximité sont souvent appliqués dans le mélange de fluides visqueux comme les pâtes, les résines ou les polymères. Ils ont souvent un diamètre très proche du diamètre de la cuve et ils occupent pour la plupart des cas toute la hauteur de la cuve. Ainsi ils balayent un volume très important, mettent en mouvement et renouvèlent le fluide à la paroi.

II.A.2.a) Ancre

C'est un agitateur qui développe un écoulement de type tangentiel, qui est implanté très près des bords de la cuve. Il améliore l'intensité des transferts thermiques entre le fluide de forte consistance et la paroi de la cuve, en renouvelant le fluide au contact des parois d'échange. L'ancre peut également éviter les phénomènes de « croûtage » aux parois. L'efficacité de l'ancre et son utilisation pour des opérations de transfert de masse et de chaleur de fluides complexes ont été largement étudiées. Nous pouvons citer ici des études de mélange : Nagata (1975), Bertrand et Couderc (1985); du transfert thermique : Hagedorn et Salamone (1967), Hoogendoorn et al. (1967), Sandall et al. (1970), Nagata (1975), Wang et Yu (1986); et de puissance consommée : Edwards et al. (1976), Sawinsky et al. (1976), Shamlou, (1980). Le fait que l'ancre ne crée qu'un mouvement tangentiel, oblige souvent son couplage avec une hélice.

II.A.2.b) Ruban hélicoïdal

Les rubans hélicoïdaux sont des agitateurs qui développent un écoulement axial et produisent une forte circulation secondaire dans la cuve en assurant un bon mélange du liquide. Cet agitateur est caractérisé par son pas, la largeur de la lame, l'écartement entre son bord externe et la paroi de la cuve.

Plusieurs auteurs ont étudié les capacités de ces mobiles d'agitation et les performances du système en tant que hydrodynamique : Carreau et al. (1992, 1993), Cheng et al. (1994 a, b); efficacité du transfert de chaleur : Nagata et al. (1972, 1975), Shamlou et Edwards (1986), Rai et al. (2000) ; Delaplace al. (2001) ; Niedzielska et al. (2005) et en puissance consommée : Sawinsky et al. (1976), Shamlou (1980), Shamlou et Edwards (1985), Carreau (1993).

Dans le cadre de cette thèse, seules l'ancre et la turbine à 3 pales ont été utilisées dans les études expérimentales. Néanmoins les références des ouvrages présentant la totalité des mobiles

spécifiques pour des fluides à viscosité élevée : Desplanches et Chevalier (1999), Zlokarnik (2001), Chhabra (2003), Paul et al. (2004), Xuereb et al. (2006), Chhabra et Richardson (2008).

II.B. Aspects énergétiques

La caractérisation d'un mobile d'agitation porte essentiellement sur la connaissance du nombre de puissance, du temps de mélange adimensionnel et du nombre de pompage. Dans le cadre de notre étude nous nous intéressons à la consommation énergétique et la puissance dissipée par le système d'agitation.

II.B.1. Cas d'un fluide Newtonien

Le nombre de puissance, N_p , caractérise les mobiles d'agitation en terme de puissance dissipée. C'est un paramètre important non seulement pour le dimensionnement et l'optimisation de la consommation énergétique mais aussi pour la comparaison des performances de plusieurs mobiles d'agitation entre eux. Il s'exprime par la relation suivante :

$$N_p = \frac{P}{\rho N^3 D^5} \quad \text{I- 3}$$

Où : P est la puissance dissipée dans la cuve par le système d'agitation (W) ;

N est la vitesse d'agitation (tours/s) ;

ρ est la masse volumique du fluide (kg/m^3) ;

D est le diamètre du mobile d'agitation (m) ;

En régime turbulent le nombre de puissance est constant alors qu'en régime laminaire ($Re < 10-20$) (voir Xuereb et al. (2006)), il est inversement proportionnel au nombre de Reynolds. Nous avons alors la relation :

$$N_p Re = A^* \quad \text{I- 4}$$

Où A^* est constante pour une géométrie donnée (ensemble mobile/cuve). Le nombre de Reynolds, Re , caractérise le régime d'écoulement du fluide et exprime le rapport des forces d'inertie sur les forces de viscosité. Le nombre de Reynolds se calcule via la relation suivante :

$$Re = \frac{\rho D^2 N}{\mu} \quad \text{I- 5}$$

Où μ est la viscosité dynamique du fluide (Pa.s).

II.B.2. Cas d'un fluide Non-Newtonien. Concept de Metzner et Otto

Metzner et Otto (1957) ont développé un ensemble de propositions qui vise à unifier le traitement de la puissance d'agitation dans le cas de fluides à comportement rhéologique Non-Newtonien (souvent pseudoplastique). Le gradient de vitesse moyen, $\bar{\gamma}$, au sein du fluide est exprimé en fonction de la vitesse d'agitation, N, par la relation :

$$\bar{\gamma} = K_{MO} \cdot N \quad \text{I- 6}$$

La constante K_{MO} , est évaluée expérimentalement pour chaque différent système d'agitation. Sa valeur est obtenue avec des mesures de puissance pour des fluides Newtoniens et des fluides Non-Newtoniens dans la même configuration géométrique.

La Table I- 2 donne un ordre de grandeur de la constante de Metzner et Otto (K_{MO}) et de la constante A^* pour des différents agitateurs en régime laminaire ($Re < 10-20$).

Agitateur	A^*	K_{MO}
Hélice	35-50	$11 \leq K_{MO} \leq 13$
Ancre (différentes géométries)	130-300	$K_{MO} = 33-172c/T$ avec $0,02 < c/T < 0,13$
Ruban hélicoïdal	200-400	$K_{MO} = 34-114c/D$ avec $0,026 < c/D < 0,16$
Turbine (différentes géométries)	50-75	$11 \leq K_{MO} \leq 15$

Table I- 2 : Caractérisation énergétique des agitateurs en régime d'écoulement laminaire et estimation de la constante de Metzner et Otto (cf. Shamlou et Edwards (1985, 1989); Espinosa-Solares et al. (1997) ; Desplanches (1999) ; Xuereb et al. (2006))

Dans le cas de fluides Non-Newtoniens pseudoplastiques ou à seuil, qui seront utilisés plus tard, dans l'équation (I- 5) la viscosité μ est remplacée par la viscosité apparente, μ_a :

- Pour les fluides de comportement rhéofluidifiant :

$$\mu_a = m \cdot \bar{\gamma}^{n-1} \quad (\text{Modèle Ostwald-de Waele}^*) \quad \text{I- 7}$$

- Pour les fluides de comportement rhéofluidifiant au-delà d'une contrainte seuil (Chhabra (2003))

$$\mu_a = \frac{\tau_0}{\bar{\gamma}} + m \cdot \bar{\gamma}^{n-1} \quad (\text{Modèle Herschel-Bulkley}^{**}) \quad \text{I- 8}$$

Où : τ_0 est la contrainte seuil (Pa)
 m est la consistance (Pa.sⁿ)
 $\dot{\gamma}$ est le cisaillement moyen (s⁻¹)
 n est l'indice de comportement

Limites d'utilisation du concept de Metzner et Otto

De nombreux auteurs observent une influence de la constante K_{MO} avec l'indice de comportement du fluide (Calderbank et Moo-Young (1959), Beckner et Smith (1966), Yamamoto et al. (1998), Wang et al. (2000), Thakur et al. (2004) et Delaplace et al. (2006)). Ils établissent la valeur de K_{MO} en fonction de la géométrie du système cuve/agitateur et de la rhéologie du fluide. La valeur de K_{MO} est d'autant plus importante que le caractère Non-Newtonien est important et que les agitateurs (de proximité) présentent des entrefers étroits (Xuereb (2006)). D'après Chhabra et Richardson (2008) pour des fluides avec un comportement rhéofluidifiant ($n \geq 0,4$) la dépendance de K_{MO} de l'indice de comportement est de $\pm 25-30\%$ pour une géométrie donnée.

La détermination expérimentale de K_{MO} pour toute nouvelle configuration est préférable. Cependant si cela n'est pas possible, la valeur de K_{MO} peut se baser sur des données de la littérature qui correspondent au mieux à la configuration cuve/agitateur et/ou indice de comportement (avec une erreur sur la valeur de l'ordre de $\pm 25-30\%$).

Le régime de transition ($10 < Re < 10000$) représente aussi une limite d'utilisation du concept de Metzner et Otto. Pour l'étude d'une large gamme de mobiles d'agitation (ancres, ruban hélicoïdal, turbine à pales et turbine de Rushton), Nagata et al. (1971) observent que le concept n'est plus valable en régime transitoire pour les deux turbines. Mais il est toujours valable pour les agitateurs de proximité.

Les études de Bourne et al. (1981) et Wang et Yu (1989) concluent qu'en régime transitoire le cisaillement moyen n'est plus proportionnel à la vitesse d'agitation et leur dépendance est plus complexe. En effet en régime de transition les écoulements sont sensibles à la fois de la viscosité du fluide et de sa masse volumique. Les travaux avec ce régime d'écoulement sont rares, les lois de comportement rhéologique étant difficilement généralisables.

II.B.3. Etudes de la puissance consommée

Les agitateurs de proximité améliorent la qualité du mélange visqueux mais demandent une consommation d'énergie plus importante que les agitateurs classiques. Ainsi de nombreux auteurs ont consacré leurs travaux à l'étude de la consommation énergétique des agitateurs avec de fluides complexes (Shamlou (1980), Shamlou et Edwards (1985), Carreau (1993)). Ils ont étudié l'influence

de la géométrie de la cuve : présence ou pas de chicanes, hauteur de fluide et aussi le type de système d'agitation géométrie, couplage de deux et plusieurs mobiles.

Chhabra et Richardson (2008) donnent quelques ordres de grandeur pour la puissance consommée en fonction de la viscosité du fluide. Sa valeur pour des fluides peu visqueux est de $0,2\text{kW/m}^3$ (basse consommation), pour certaines opérations de transfert thermique, ils donnent une consommation énergétique modérée, de $0,6\text{kW/m}^3$; pour les suspensions visqueuses elle est typiquement de l'ordre de 2kW/m^3 (consommation haute) et pour les pâtes, ils définissent la consommation comme très haute et elle s'avère de 4kW/m^3 .

On peut conclure que l'estimation de la puissance consommée par l'agitateur pour des fluides Newtoniens et Non-Newtoniens est possible avec une bonne précision. Il existe des récentes revues sur ce sujet qui peuvent être utiles au lecteur : Chhabra (2003), Paul et al. (2004), Xuereb et al. (2006), Chhabra et Richardson (2008).

II.C. Transfert thermique

II.C.1. Détermination des coefficients d'échange

La détermination des coefficients de transfert thermique dépend des propriétés du fluide agité et des caractéristiques géométriques de la cuve et du système d'agitation.

II.C.1.a) Coefficient d'échange global

La résistance globale au transfert thermique $1/U$ peut être exprimée par les trois résistances principales (voir l'équation entière Eq. I-2) : (voir Figure I- 10 (a)) :

$$\frac{1}{U} = \frac{1}{h_j} + \frac{1}{h_r} + \frac{e}{\lambda} \quad \text{I- 9}$$

Le coefficient de transfert global, U , peut être calculé à partir de l'équation du bilan thermique dans la cuve agitée et des données expérimentales (d'après Kern (1965)) :

$$U = \frac{M.C_p}{A.t} \ln \frac{T_{r_i} - T_j}{T_{r_f} - T_j} \quad \text{I- 10}$$

Où : t est la durée nécessaire de l'opération (s)

T_j est la température du fluide utilité ($^{\circ}\text{C}$)

$T_{r_{i/f}}$ est la température initiale/finale du fluide dans la cuve ($^{\circ}\text{C}$)

C_p est la capacité calorifique du fluide (J/kgK)

M est la masse du fluide (kg)

A est la surface d'échange (m^2)

Dans le calcul du coefficient d'échange global, U, plusieurs hypothèses doivent être faites en fonction du système utilisé. La température de la double enveloppe, T_j , doit être considérée constante au cours du temps et les pertes thermiques et la dissipation visqueuse sont négligées.

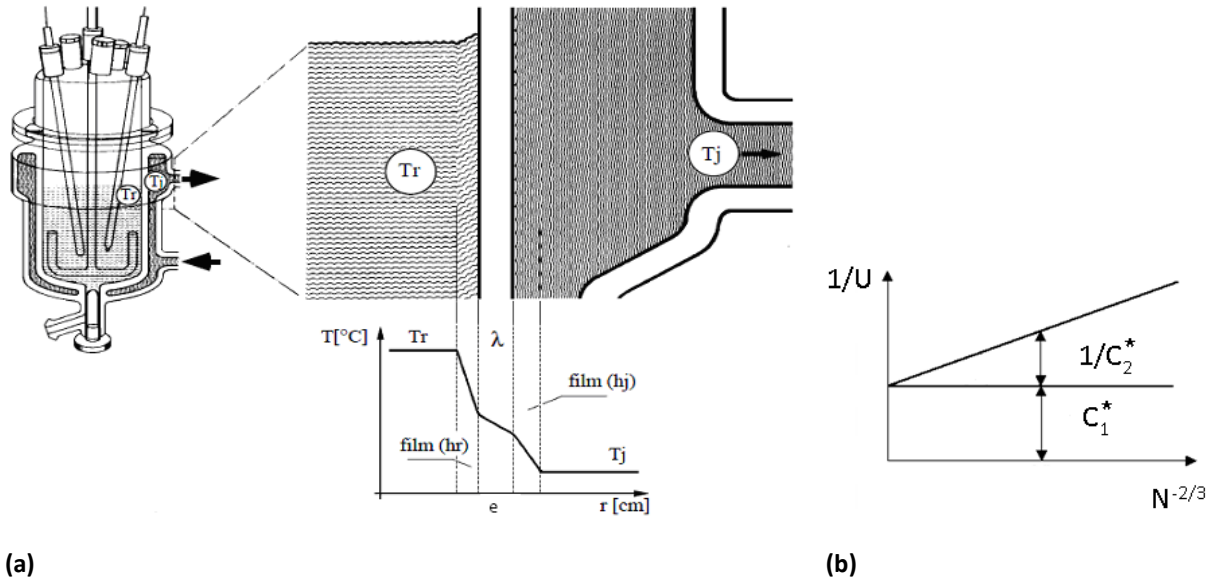


Figure I- 10 : (a) Description du profil de température et les résistances d'encrassement dans une cuve agitée double enveloppe RC1 (cf. Choudhury et al.) ; (b) Méthode graphique de Wilson

II.C.1.b) Coefficient d'échange local. Méthode graphique de Wilson (1915)

La résistance du côté fluide visqueux ($1/h_r$) dépend des caractéristiques du fluide, de la vitesse d'agitation, du type de mobile d'agitation, des autres équipements présents à l'intérieur de la cuve (présence de chicanes et de capteurs) et de la température du fluide T_r . Cette résistance peut être calculée à partir de la résistance globale d'échange, $1/U$, par la méthode graphique de Wilson (1915). Nous pouvons notamment citer les travaux des auteurs Chilton et al. (1944), Brown et al. (1947), Uhl (1966), Kai et Shengyao (1989), Kawase et al. (2002) qui rapportent le coefficient local h_r comme étant proportionnel au nombre de Reynolds (ainsi à la vitesse d'agitation, N , du mobile) à puissance $(2/3)$.

Ces auteurs donnent :

$$h_r = C_2^* N^{2/3} \quad \text{I- 11}$$

Ainsi l'équation (I- 9) peut être mise sous la forme :

$$\frac{1}{U} = C_1^* + \frac{1}{C_2^* N^{2/3}} \quad \text{I- 12}$$

$$\text{Avec } C_1^* = \frac{1}{h_j} + \frac{e}{\lambda}$$

I- 13

La somme des résistances C_1^* peut être obtenue graphiquement par la méthode de Wilson en traçant $1/U=f(N^{-2/3})$ (voir la [Figure I- 10 \(b\)](#)) et en extrapolant la courbe à zéro. Alors C_1^* est la valeur de l'ordonnée, quand $N^{-2/3}$ est égal à zéro.

II.C.1.c) Problème de la méthode de Wilson

La méthode de Wilson utilise l'exposant 2/3 pour la vitesse d'agitation (d'après Uhl (1966) et Chilton et al. (1944)). La justesse de la méthode dépend du choix de cet exposant. De nombreux auteurs justifient son utilisation avec de bons résultats de la régression linéaire. Mais des bons résultats ont été également obtenus avec une valeur de l'exposant comprise entre 0,2 et 2. Post (1983) décrit une modification de la méthode de Wilson en supposant que les exposants a et b ne soient pas constants. Cependant cette procédure est très lourde, alors qu'elle diminue l'erreur sur le calcul du coefficient d'échange avec seulement 1 ou 2%.

C'est ainsi à l'utilisateur de décider s'il devrait déterminer les paramètres spécifiques au réacteur ou être satisfait de la méthode Wilson traditionnelle.

II.C.2. Corrélations de Nusselt

Les résultats du transfert thermique sont usuellement présentés sous une forme adimensionnelle, Edwards and Wilkinson (1972); Chhabra (2003); Paul et al. (2004), Chhabra et Richardson (2008).

Chilton et al. (1944) sont les premiers à avoir utilisé l'analyse adimensionnelle pour représenter le transfert thermique.

Ainsi les coefficients de transfert thermique en régime laminaire pour un échangeur de chaleur sont corrélés par :

$$Nu = A_1 \cdot Re^a \cdot Pr^b \left(\frac{\mu}{\mu_w} \right)^c$$

I- 14

Avec : **Nu** est le nombre de Nusselt

A₁ est la constante qui dépend du système d'agitation

Re est le nombre de Reynolds

Pr est le nombre de Prandtl

μ est la viscosité du fluide procédé (Pa.s)

μ_w est la viscosité du fluide procédé à proximité de la paroi (Pa.s)

Le nombre de Nusselt et de Prandtl sont définis :

$$Nu = \frac{h_i D}{\lambda} ; \quad Pr = \frac{C_p \mu}{\lambda} \quad \text{I- 15; I- 16}$$

La corrélation de Nusselt est établie pour une géométrie donnée. A_1 , a , b , c , sont des constantes empiriques qui dépendent de la géométrie cuve/agitateur et du régime d'écoulement du fluide. La constante A_1 peut être exprimée à l'aide des facteurs géométriques (D/T , H/T ...) ou en fonction du type d'agitateur et de la présence de chicanes. L'exposant a est défini à partir de l'analyse des résultats expérimentaux, mais souvent est égal à 0,67. Les exposants b et c^1 sont souvent identiques à ceux proposés initialement par Sieder et Tate (1936) (en transfert thermique dans des conduites circulaires), respectivement 0,33 et 0,14 (voir [Table I- 3](#)), (cf. Chilton et al. (1944), Uhl (1955, 1966), Chapman et al. (1965), Strek et al. (1967), Fletcher (1987)).

La méthode graphique de Wilson est classiquement reprise pour obtenir les exposants de la corrélation de Nusselt par Chilton et al. (1944). Pour démontrer l'influence de la vitesse d'agitation et de la température du fluide sur les coefficients d'échange thermique Chilton et al. (1944) présentent le nombre de Nusselt en fonction du Reynolds (Mohan et al. (1992)).

Des revues avec un grand nombre de corrélations pour Nusselt de type ([Eq. I- 14](#)) sont présentées par Mohan et al. (1992), Chhabra (2003), Paul et al. (2004), Chhabra et Richardson (2008).

II.C.2.a) Cas d'un fluide Newtonien

Par la suite nous donnerons quelques ordres de grandeurs pour les coefficients dans l'équation ([Eq. I- 14](#)) pour les systèmes d'agitation les plus communs en prenant en compte les études globales de Chilton et al. (1944), Uhl (1955), Brooks et Su (1958), Bourne et al. (1960), Chapman et al. (1964), (voir [Table I- 3](#)).

¹ Chilton et al. (1944) ont observé une divergence entre les résultats de chauffe et ceux de refroidissement en cuve agitée. Cela les a amenés à introduire le concept du ratio de viscosité de Sieder et Tate (1936). Ainsi, Chilton et al. (1944) ont obtenu graphiquement $c=0,14$.

Fluide	Mobile d'agitation	A_1	a	b	c
Newtonien	Turbine	0,33-1,0	0,5-0,75 (souvent 0,67)	0,25-0,5 (souvent 0,33)	0,14
	Hélice	0,5-1,0			
	Agitateur à pales	0,4-0,8			
	Ancre	0,4-0,8			
	Hélice hélicoïdale	4,2			
Non-Newtonien	Turbine	0,482	0,67	0,33	0,12
$0,35 \leq n \leq 1$	Ancre	0,315			

Table I- 3 : Ordres de grandeurs pour les coefficients dans l'équation de Nusselt (Eq. 14). D'après : Uhl (1955), Brooks et Su (1958), Boorne et al. (1960), Chapman et al. (1964), Hagedorn (1965), Strek et al. (1967), Sandall et Patell (1970), Martone et Sandall (1971), Bourne et al. (1985), Fletcher P. (1987), Zlokarnik (2001)

Ces exposants représentent des valeurs optimales des paramètres estimés à partir des résultats expérimentaux et ne sont pas toujours valables. La méthode de Wilson utilise les valeurs généralisées ($a=0,67$, $b=0,33$ et $c=0,14$). Le coefficient A_1 dépend majoritairement de la géométrie du système d'agitation mais aussi de la géométrie de la cuve. Dans les travaux de Bürli (1977) nous pouvons trouver des valeurs de A_1 pour différents mobiles d'agitation (ancres, turbine, hélice dans des cuves à échelle laboratoire et à échelle pilote).

Ces valeurs doivent être utilisées avec précaution parce qu'elles dépendent fortement de la géométrie cuve/agitateur. D'après Choudhury et al., l'application de l'équation généralisée peut générer une erreur jusqu'à $\pm 30\%$.

II.C.2.b) Cas d'un fluide Non-Newtonien

Il y a un certain nombre d'études, qui ont traité le transfert thermique dans des cuves agitées pour des fluides Non-Newtoniens. Ce sont exclusivement des fluides rhéofluidifiants dont la viscosité obéit à la loi de puissance ou au modèle Herschel-Bulkley (des solutions aqueuses de Carboxymethylcellulose (CMC) et de Carbopol sont parmi les fluides modèles les plus utilisés).

Carreau et al. (1966) et de nombreux auteurs par la suite (Hagedorn et Salamone (1967), Sandall et Patell (1970), Martone et Sandall (1971), Edwards et Wilkinson (1972), Delaplace et al. (2001)) suggèrent de corrélérer le transfert thermique aux caractéristiques Non-Newtoniennes du fluide. Les corrélations de Nusselt, provenant de ces études, classées par type de mobile d'agitation peuvent être trouvées dans l'ouvrage de Chhabra et Richardson (2008).

Nous pouvons citer ici les travaux de Hagedorn et Salamone (1967) qui relient le nombre de Nusselt à l'indice du comportement du fluide, n , et établissent des corrélations de Nusselt pour une large gamme de mobiles d'agitation. D'autre part, Sandall et Patell (1970) et Martone et Sandall (1971) ont gardé la même forme de corrélation généralisée (Eq. I- 14) qui est valable pour des fluides Newtoniens. Ils définissent le cisaillement moyen dans la cuve à partir du concept de Metzner et Otto (1957) et introduisent la viscosité apparente du fluide, μ_a , à la place de μ dans la corrélation. Les valeurs des constantes de l'équation I- 14 sont présentées dans la Table I- 3.

II.C.3. Métrologie, mesure de la température

Pour pouvoir déterminer le flux de chaleur échangé à travers la paroi, il est indispensable de déterminer les différentes températures du système. Le choix des capteurs de température est ainsi primordial.

La différence de température est, bien sûr, la force motrice qui assure que la chaleur soit transférée. De plus, la connaissance de température est souvent indispensable pour déterminer les propriétés physico-chimiques des fluides.

La température peut être mesurée par contact direct entre le fluide et l'appareil de mesure ou à distance d'un paramètre thermodépendant. La gamme des dispositifs avec lesquels la température peut être mesurée est vaste (Childs (2002)). La Table I- 4 récapitule quelques exemples de capteurs de température les plus utilisés dans les études de transfert thermique en cuve agitée.

Capteur	Propriété du capteur	Grandeur physique mesurée	Modèles courants
Thermocouple	Effet Seebeck ¹	Différence de potentiel	Type K, Type T
Thermomètre à résistance de platine, thermistance	Résistance électrique	Résistance	Pt 100
Thermomètre infrarouge	Rayonnement thermique	Intensité de rayonnement	Thermomètre de surface
Thermographie infrarouge	Rayonnement thermique	Intensité de rayonnement	Caméra thermique

Table I- 4 : Exemples de capteurs de température (table modifiée d'après Childs (2002))

¹ L'effet Seebeck est un effet thermoélectrique : une différence de potentiel apparaît à la jonction de deux conducteurs de natures différentes soumis à une différence de température.

Les cuves agitées sont munies des outils de mesure de la température du fluide dans la cuve et aussi du fluide circulant dans la double enveloppe. La majorité des dispositifs utilisés sont des thermomètres et des thermocouples : Pt 100, type K et type T.

Les thermocouples de type K et T sont des capteurs composés de deux métaux qui génèrent une force électromotrice proportionnelle à la différence de la température. Le thermocouple de type K (nickel/chrome) est usuellement utilisé pour sa large gamme de mesure et son prix peu élevé (Engeskaug et al. (2005)). Le thermocouple de type T (cuivre/nickel) est adapté pour une utilisation à basse température.

La thermistance Pt100 est la plus couramment rencontrée dans l'industrie et dans nombreuses études du transfert thermique (Rai et al. (2000), Baghli et al. (2005), Dostal et al. (2010)). Le principal matériau de la sonde est le platine et la mesure repose sur le changement de la valeur de la résistance avec la température. Malgré son coût important, le platine est un matériau d'une résistivité plus élevée que le cuivre et d'une plus grande stabilité dans le temps que le nickel. Dans la Table I- 5 nous récapitulons les avantages et les désavantages des thermocouples et les thermistances.

Les techniques infrarouges sont aussi utilisées comme une mesure rapide et fiable, réalisée à distance (pour la température de surface du fluide visqueux par exemple).

Si les études le nécessitent la température de la paroi d'échange thermique peut être également mesurée. Dans ce cas la jonction du thermocouple est soudée (implantée) dans une rainure de la paroi.

Le capteur peut être endommagé si le milieu de mesure est agressif : agressivité mécanique (chocs, vibrations, mouvement du fluide) ou thermique (chocs thermiques). Ainsi dans certaines applications, il est nécessaire d'isoler la sonde de l'environnement, par l'utilisation de gaines et de protections thermométriques. Ce qui peut limiter la précision de la mesure et le temps de réponse.

Si le fluide dans la cuve est bien agité, une seule mesure, à mi-hauteur du fluide entre l'axe de l'agitateur et la paroi, est suffisante pour avoir la température moyenne du fluide (cf. Rai et al. (2000)).

Cependant quand le fluide utilisé a une viscosité importante, usuellement trois thermocouples sont mis en place à différentes positions, afin de s'assurer de l'homogénéité du système (cf. Hagedorn (1965), Delaplace et al. (2001)).

Capteur	Avantages	Désavantages
Thermocouple	1. Large gamme de mesure 2. Facilité de télédétection 3. Coût raisonnable 4. Solide 5. Petite dimension	1. Besoin de jonction 2. Pas de bonne sensibilité et stabilité
Thermistance	1. Bonne linéarité 2. Large gamme de mesure 3. Très bonne stabilité même à une température très élevée 4. Bonne précision et exactitude	1. Fragile aux chocs et aux vibrations 2. Coût élevé

Table I- 5 : Avantages et désavantages des thermocouples et des thermistances (d'après Goldstein (1998))

Néanmoins en multipliant les instruments de mesure, il est inévitable d'augmenter l'encombrement, le coût et la complexité d'utilisation. Il ne faut pas oublier que le détecteur perturbe les champs de vitesse et ainsi la mesure de la température (Rogez et Le Coze (2009)).

Il est préférable de se contenter de quelques capteurs disposés aux points clés de l'opération. Il serait plus rigoureux d'étudier les gradients de température et de choisir ensuite les zones les plus représentatives de la distribution de température (à proximité du mobile d'agitation et des mesures en direction radiale et axiale dans la cuve).

Il est important de noter qu'il existe d'autres mesures que la température, qui peuvent être utilisées pour obtenir un bilan sur le flux échangé, tels que les capteurs de flux thermique (Delaplace et al. 2005).

II.C.4. Gradients de température au sein d'une cuve agitée

L'agitation réduit l'épaisseur de la couche limite du fluide sur la surface d'échange et le mouvement convectif du contenu de la cuve diminue les gradients de température (Zlokarnik (2001)). Cependant avec l'augmentation de la viscosité des fluides de nombreux auteurs ont constaté des différences de température entre deux thermocouples, peuvent atteindre quelques dizaines de degrés (Uhl (1955), Zlokarnik (1969), Coyle et al. (1970), Heinlein et Sandall (1972), Nagata et al. (1972), Shamlou (1980), Shamlou et Ewards (1986)).

Pour l'étude du transfert thermique en écoulement strictement laminaire (à des Reynolds très bas <1), Nagata et al. (1972) ont rencontré des difficultés dans la caractérisation de la température du mélange (dite moyenne), cela à cause des importants gradients de température, inévitables dans ce

régime d'écoulement. A la suite de leurs études, ils définissent une vitesse d'agitation critique, N_{cr} , à partir de laquelle l'homogénéité thermique dans la cuve est atteinte. En complément les études de Edwards et al. (1981) ont montré que, pour une même gamme de Reynolds, les propriétés du fluide avaient une influence importante sur la valeur de la vitesse d'agitation critique.

Shamlou et Edwards (1986) ont étudié le gradient de la température à l'intérieur d'une cuve équipée d'un ruban hélicoïdal. Ils constatent un bon mélange du fluide dans la direction radiale et périphérique et un fort gradient de température en direction axiale. Les thermocouples, utilisés dans leurs études expérimentales, sont installés à différentes positions de manière verticale du fond de la cuve jusqu'à la surface. Suite à leurs études, ils définissent un nombre de Reynolds critique et ils établissent une relation généralisée pour Re_{cr} en fonction des propriétés du fluide et également des caractéristiques géométriques de la cuve et de l'agitateur. Au-delà de ce Re_{cr} la distribution de température dans le réacteur est homogène.

II.C.5. Caractérisation de la vitesse d'agitation optimale

Nous terminons l'analyse bibliographique sur la cuve agitée avec un exemple de couplage des paramètres agitation/transfert thermique dans la recherche d'optimisation du refroidissement.

L'efficacité de l'échange thermique est étroitement liée à l'hydrodynamique au sein du mélange et des champs de vitesse qui sont très différents de ceux créés en régime turbulent. En régime laminaire, la puissance de l'agitateur augmente beaucoup plus rapidement avec la vitesse d'agitation ($P=f(N^3)$) que la quantité de chaleur échangée, $Q = f(h_r) = f(N^{2/3})$ (avec $Q = h_r \cdot A \cdot \Delta T$ ($U \approx h_r$)). Ainsi, dans les études d'optimisation du refroidissement, il faut tenir compte de ces deux paramètres.

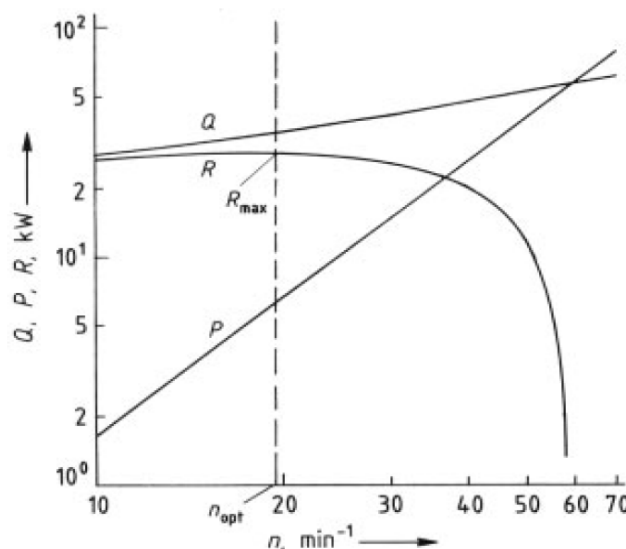


Figure I- 11 : Représentation graphique de la relation entre la quantité de chaleur échangée Q , la puissance dissipée P , $R=Q-P$, et la vitesse d'agitation n (min^{-1}). Le mobile utilisé est une ancre avec $D=1,8\text{m}$, $T=2,0\text{m}$, $V=5,86\text{m}^3$, $\rho=1000\text{kg/m}^3$, $\mu=50\text{kg/m.s}$, $\lambda=2\text{W/mK}$, $C_p=2000\text{J/kgK}$, $A=14\text{m}^2$, $\Delta T=25^\circ\text{C}$, $h_r \approx U$ (cf. Zlokarnik (2005))

La Figure I- 11 illustre le problème avec un exemple de refroidissement de $\Delta T=25^{\circ}\text{C}$, avec un agitateur de type ancre. Les valeurs de quantité de chaleur échangée à travers la paroi, ainsi que la puissance dissipée par l'agitation, sont tracées en fonction de la vitesse d'agitation (d'après Zlokarnik (2005)).

La courbe R représente la différence entre les courbes de Q et P, tracée en log-log. Elle correspond à la chaleur réellement évacuée à travers la paroi : $R = Q - P$. Ainsi R arrive à son maximum à $N_{\text{opt}} \approx 20\text{min}^{-1}$ (vitesse optimale) et atteint zéro à $N = 59\text{min}^{-1}$. A ce point la quantité de chaleur évacuée est égale à la puissance dissipée par l'agitateur lui-même.

La détermination des conditions optimales a aussi été traitée par Penney et Koopman (1972). Ils ont trouvé qu'en régime laminaire, un maximum de R peut être atteint quand la puissance d'agitation est approximativement 20% de la quantité de chaleur Q.

Quand les équations caractérisant le système sont définies ($N_p = f(\text{Re})$ et $Nu = f(\text{Re}, \text{Pr})$), alors la dépendance $R = Q - P = f(N)$ peut être calculée.

Il faut aussi noter que lorsque des fluides visqueux sont mis en refroidissement, la quantité de chaleur produite par les frottements visqueux ralentit l'opération de refroidissement. Ce phénomène est nommé dissipation visqueuse et représente la quantité d'énergie, par unité de temps et de volume, transformée irréversiblement en chaleur par l'intermédiaire des frottements visqueux.

Au cours du refroidissement la consistance des fluides et ainsi leur viscosité augmentent et cela fait augmenter l'effet de la dissipation visqueuse. Son effet est d'autant plus grand que la vitesse d'agitation est importante. D'où l'intérêt de définir une vitesse d'agitation optimale pour le refroidissement.

III. Mélanges statiques

Dans le cadre de nos travaux, les mélangeurs statiques ont été choisis pour comparer leur efficacité en termes thermique et énergétique par rapport à ceux de la cuve agitée double enveloppe.

Nous présentons les principes de fonctionnement de ce type de mélangeurs dans la partie qui suit. Nous mettons également en évidence les avantages que les mélangeurs statiques représentent par rapport à la cuve agitée. Ensuite nous traitons la problématique de l'échange thermique de fluides de nature Newtonienne et non-Newtonienne dans un mélangeur statique.

III.A. Principe des mélangeurs statiques-échangeurs de chaleur

Le concept du mélangeur statique est l'utilisation de l'énergie « mécanique » de l'écoulement pour assurer un mélange radial intense et ainsi atteindre un débit d'écoulement et un profil de température homogène dans l'ensemble du tube. Le principe du mélange est la séparation du flux laminaire en plusieurs couches dynamiques et leurs recombinaisons définies en fonction de la géométrie. Le profil d'écoulement et de température peut être comparé à celui d'un flux idéal, comme indiqué sur la Figure I- 12 (b) (d'après Heierle (1994)) en comparaison avec le profil de vitesse en tube lisse¹, Figure I- 12 (a) (cf. Chhabra et Richardson (2008)).

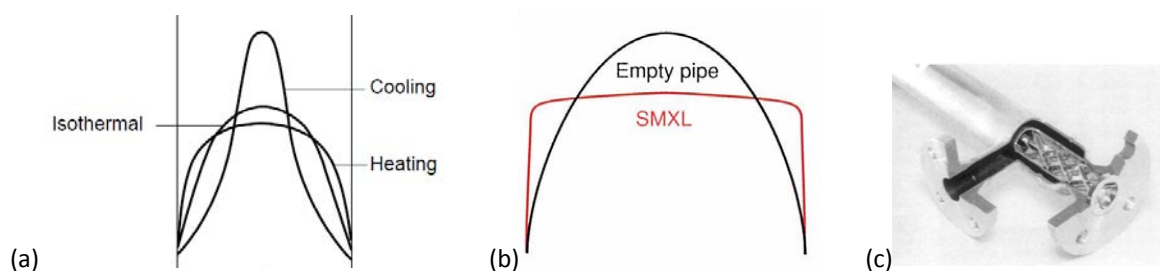


Figure I- 12 : Effet du transfert thermique sur la distribution de la vitesse du fluide : (a) en tube lisse (d'après Chhabra et Richardson (2008)) ; (b) Profil d'écoulement en tube lisse et en mélangeur statique (SMXL, Sulzer) (d'après Hierle (1994)) ; (c) Mélangeur statique type SMXL, Sulzer (Fleury (1993))

Les mélangeurs statiques sont commercialisés sous la forme de série de plusieurs éléments fixés dans le tube. Le nombre d'éléments constituant le mélangeur statique influe sur le résultat de l'opération à effectuer.

Un mélangeur statique peut être caractérisé par son design spécifique, le nombre d'éléments qui le constitue et par sa porosité ε (ou degré de vide) définie comme suit :

$$\varepsilon = \frac{V_{\text{offert à l'écoulement}}}{V_{\text{apparent}}} = \frac{V_{\text{apparent}} - V_{\text{solide}}}{V_{\text{apparent}}} \quad \text{I- 17}$$

III.B. Puissance de pompage. Modèles de perte charge

La puissance dissipée théorique nécessaire à la circulation du fluide dans les mélangeurs statiques peut être calculée en multipliant la perte de charge avec le débit volumique de l'écoulement (Bayer et al. (2003)):

¹ Tube lisse : tube sans mélangeur statique. Dans la littérature peut être rencontré aussi le terme « tube vide ».

$$P_p = Q_v \Delta p \quad \text{I- 18}$$

Où : P_p est la puissance dissipée (W)

Q_v est le débit volumique (m^3/s)

Δp est la perte de charge (Pa)

III.B.1. Cas d'un fluide Newtonien

La perte de charge par unité de longueur du mélangeur peut être calculée selon :

$$\frac{\Delta p}{L} = Ne Re \frac{\mu u_0}{D_t^2} \quad \text{I- 19}$$

Où : Ne est le nombre de Newton, ($Ne=2f$, avec f - facteur de friction).

D_t est le diamètre du tube (m)

u_0 vitesse du fluide en fût vide (m/s)

L est la longueur du mélangeur statique (m)

Le nombre de Newton est défini :

$$Ne = 2f = \frac{\Delta p}{\rho u_0^2} \frac{D_t}{L} \quad \text{I- 20}$$

Kalbitz et Bohnet (1991) définissent les limites du régime d'écoulement dans un mélangeur statique avec :

- $Re \leq 20$ régime laminaire
- $20 < Re \leq 2300$ régime transitoire
- $Re > 2300$ régime turbulent

Dans le domaine d'écoulement turbulent, le facteur de friction est constant. En régime laminaire, f est inversement proportionnel au nombre de Reynolds. Par conséquent, le produit $Ne.Re=2f.Re$ est constant pour un type de mélangeur. En régime laminaire et les modèles de perte de charge sont établis sous la forme :

$$f Re = C_1 \quad \text{I- 21}$$

Le nombre de Reynolds s'exprime :

$$Re = \frac{\rho u_0 D_t}{\mu} \quad \text{I- 22}$$

Streiff et al. (1999) ont proposé un nombre de Reynolds hydraulique Re_h qui prend en compte les spécifications de la géométrie, notamment de la vitesse interstitielle du fluide, u_0/ε , et du diamètre hydraulique du mélangeur statique, D_h :

$$Re_h = \frac{\rho u_0 D_h}{\varepsilon \mu} \quad \text{I- 23}$$

Une revue sur les différentes définitions du nombre de Reynolds et du facteur de friction est récapitulée dans les travaux de thèse de Théron (2009).

III.B.2. Cas d'un fluide Non- Newtonien

Les mélangeurs statiques sont souvent utilisés avec des fluides Non-Newtoniens dans l'industrie alimentaire ((80% des fluides en industrie alimentaire) (Tokisangyo (2008)) et des polymères. Cependant il existe peu d'études qui traduisent l'effet du caractère Non-Newtonien sur les modèles de pertes de charge : Langer et al. (1987), Li et al. (1996), (1997), Shah et Kale (1991), (1992), Chandra et Kale (1992), (1995), Kumar et Upadhyay (2008), Lui et al. (2006). Shah et Kale (1991), (1992) ont corrélé le facteur de friction et le Reynolds généralisé de Metzner et Reed :

$$f = \frac{\Delta p_{MS} D_t \varepsilon^2}{2L \rho u_0^2} \quad \text{I- 24}$$

$$\text{Re}_a = \frac{\rho u_0^{2-n} D_t^n}{m 8^{n-1} \varepsilon^{2-n}} \quad \text{I- 25}$$

Li et al. (1997) définissent un nombre de Reynolds apparent plus généralisé :

$$\text{Re}_a = \frac{\rho u_0 D_t}{\mu^* \varepsilon} \quad \text{I- 26}$$

μ^* est la viscosité apparente calculée à un taux de cisaillement moyen à la paroi du tube.

Il est possible d'appliquer la même méthodologie que celle utilisée dans la cuve agitée : la viscosité du fluide est définie selon la loi de puissance (Eq. I- 7) ou le modèle rhéologique de Herschel-Bulkley (Eq. I- 8) et la viscosité apparente μ_a remplace μ dans les équations de Reynolds et de perte de charge.

Il est nécessaire de déterminer ainsi la vitesse de cisaillement moyen au niveau du mélangeur pour ensuite pouvoir évaluer la viscosité intervenant dans la perte de charge.

La viscosité apparente est fonction du cisaillement moyen qui selon Fleury (1993), Streiff et al. (1999) et Nising (2006) peut être défini comme :

$$\dot{\gamma} = \frac{K_\gamma u_0}{D_t} \quad \text{I- 27}$$

Où K_γ est une constante de cisaillement caractérisant chaque type de mélangeur en régime laminaire et dépend uniquement des caractéristiques géométriques des mélangeurs et est constante pour une géométrie donnée (K_γ est l'équivalent de la constante de Metzner et Otto, K_{MO} , en cuve agitée). Sa

valeur est comprise entre 20 et 50 (cf. Streiff (1999)). Dans le cas du tube lisse, cette constante est considérée égale à 8. Delaplace et al. (2008) ont proposé l'équation I-28 pour l'estimation du taux de cisaillement pariétal, $\overline{\gamma_w}$, pour un fluide Herschel-Bilkley.

$$\overline{\gamma_w} = \frac{1}{(1-\varepsilon_0)} \frac{1}{1 - \frac{2n}{2n+1}(1-\varepsilon_0) + \frac{2n^2}{(2n+1)(3n+1)}(1-\varepsilon_0)^2} \frac{n+1}{4n} 8 \frac{u_0}{D_t} \quad \text{I- 28}$$

$$\text{Où : } \varepsilon_0 = \frac{\tau_0}{\tau_w}$$

Et $\tau_w = \frac{D_t \Delta p}{4L}$ est la contrainte seuil à la paroi (Peixinho et al. (2008))

La détermination de la constante K_γ pour les mélangeurs statiques représente une véritable difficulté. Le fabricant Sulzer détermine la valeur de K_γ par le biais de la simulation numérique CFD (Computational fluid dynamics).

Langer et al. (1987) déterminent K_γ en tenant compte de toutes les caractéristiques géométriques du mélangeur statique : le diamètre de tube D_t (m), la porosité ε , le diamètre hydraulique D_h (m) et la tortuosité G (comme dans le cas du lit fluidisé):

$$K_\gamma = \frac{8GD_t}{\varepsilon D_h} \quad \text{I- 29}$$

Ils définissent la tortuosité, G , entre 1,3 et 1,8 pour les mélangeurs de Sulzer (SMV, SMX et SMXL).

G représente le rapport du passage axial de l'écoulement au passage réel d'un élément de mélangeur statique. Lorsque la géométrie est de plus en plus complexe, la tortuosité devient un paramètre difficile à définir avec exactitude.



Mélangeur	D _t (m)	Source	Méthode	K _γ
SMXL	0,02	Fleury (1993)	Fourni par Sulzer (CFD)	28
SMXL	0,05	Streiff et al. (1999)	Corrélation de Langer et al. (1987)	30
SMX				
	0,05	Streiff et al. (1999)	Corrélation de Langer et al. (1987)	64
KMS				
	0,05	Streiff et al. (1999)	Corrélation de Langer et al. (1987)	28

Table I- 6 : Valeurs de la constante K_γ(cf. Langer et al. (1987), Fleury (1993) et Streiff et al. (1999))

Les différentes valeurs de K_γ traduisent la différence de géométrie entre les mélangeurs (voir la [Table I- 6](#)). Le mélangeur SMX présente une structure plus complexe et resserrée que celle du type KMS, où la bande laisse un grand espace libre, d'où une valeur de K_γ plus élevée pour le mélangeur SMX.

Des valeurs de C₁ de l'équation I- 21 ont été publiées pour différents mélangeurs par Alloca (1982), Cybulski et Werner (1986), Bohnet et al. (1990), Li et al. (1996, 1997), Streiff et al. (1999) (voir [Table I- 7](#)). Ce type de corrélation est analogue à la corrélation de Hagen Poiseuille pour les pertes de charges en écoulement laminaire en tubes lisses où C₁ = 16 (cf. Bird et al. (1924)).

La [Table I- 7](#) présente des valeurs pour le coefficient de pression Z. Il représente le rapport des pertes de charge en mélangeur statique et en tube lisse pour la même vitesse de fluide dans un tube de même diamètre (D_t). Ce coefficient permet de montrer directement l'impact des internes sur la perte de charge, en comparaison avec le tube lisse.

$$Z = \frac{\Delta p_{MS}}{\Delta p_{TL}} \quad \text{I- 30}$$

III.B.3. Modèles de pertes de charge trouvés dans la littérature

Auteurs	Mélangeur statique	Caractéristiques géométriques	Système, conditions opératoires	K_v	Z	C_1
Streiff et al. (1999)	Tube lisse		Laminaire	8	1	16
	SMXL			30	7,8	125
	SMX	$D_t = 0,05m$	$Re_h < 20$	64	37,5	600
	KMS			28	6,9	110
Allocca (1982)	SMXL	$D_t = 0,05m$ $L/D_t = 26$ $\epsilon = 0,96$				122
	SMX	$D_t = 0,05m$ $L/D_t = 9$ $\epsilon = 0,91$	Sirop de Glucose De 7 à 9 Pa.s Laminaire			618
	KMS	$D_t = 0,05m$ $L/D_t = 29$ $\epsilon = 0,85$				92
	SMXL	$D_t/L = 41,0$				125
Cybulski et Werner (1986)	SMXL	$D_t/L = 19,7$	$Re < 10$			148
	SMX			10-100	600-1000	
	KMS			7		112
Bayer et al. (2003)	SMXL					125
	SMX	$D_t = 0,05m$	Laminaire			600
	KMS					110
Li et al. (1996)	SMX	$D_t = 0,016m$	Non-Newtoniens $Re < 15$			368
Bohnet et al. (1990)	SMXL					125
	SMX	$D_t = 0,05m$	$115 \leq Pr \leq 3000$			473
	KMS	$L = 1,4m$	$Re < 20$			70
Meyers et al. (1997)	KMS	$D_t < 0,3m$	$Re < 10$		5,5	
		$D_t \geq 0,35m$			6	

Fleury (1993) Nising (2006)	SMXL	$D_t = 0,02m$ $D_h = 8,96mm$ $\varepsilon = 0,91$	Polymères $Re_h \leq 20$	27,8	177	
	SMX	$D_t = 0,04m$ $D_h = 12,32mm$ $\varepsilon = 0,88$		54,5	655	
	SMX	$D_t = 0,05m$ $D_h = 16,79mm$ $\varepsilon = 0,91$		49,8	564	
	KMS	$D_t = 22mm$ $D_t = 49mm$		6,87 8,14		
	SMX			18,1		
Paul et al. (1980)	SMX	$D_t = 0,05m$	$Re \leq 50$	10-60		
KMS		7				
Shah et Kale (1991)	SMX	$D_t = 16, 26, 54mm$	$0,1 \leq Re_a \leq 100$		350n	
	KMS	$L = 95, 100, 200mm$			64,06n	
Auteurs	Mélangeur statique	Caractéristiques géométriques	Système, conditions opératoires	K_v	Z	C_1

Table I- 7 : Tableau récapitulatif des données de la littérature pour K_v , Z et C_1 pour les mélangeurs statiques SMXL, SMX et KMS

La Table I- 7 récapitule des valeurs de K_v , Z et C_1 des études réalisées en régime laminaire dans différentes configurations de mélangeurs statiques.

Les valeurs de C_1 et de Z montrent que la présence de mélangeurs statiques dans un tube provoque de sensibles modifications en termes de pertes de charges. Quel que soit le type de mélangeur et ses caractéristiques géométriques, ce dernier induit une certaine augmentation de la perte de charge (en comparaison du tube lisse), dont il faudra tenir compte dans le dimensionnement d'un procédé.

Globalement les valeurs de Z pour le mélangeur KMS sont les plus faibles parmi les mélangeurs statiques présentés dans la Table I- 7. Le mélangeur SMX est caractérisé par un coefficient de pression Z le plus important. Cette différence de performances entre les mélangeurs est due aux caractéristiques spécifiques pour chaque géométrie, traduit par des valeurs de la constante de cisaillement K_v , la porosité ε et le diamètre hydraulique D_h .

D'après les données publiées par Alloca (1982) le mélangeur de type SMXL est le plus poreux ($\varepsilon = 0,96$) par rapport aux deux autres géométries (SMX, $\varepsilon = 0,91$ et KMS, $\varepsilon = 0,85$).

Pour les mélangeurs statiques de type SMXL nous observons que la valeur de C_1 varie de 125 à 177 pour les différentes géométries (différentes valeurs du rapport D_i/L). Entre les trois mélangeurs statiques étudiés (SMX, SMXL et KMS), le mélangeur SMX a la structure la plus fermée, ce qui explique aussi l'importante valeur de C_1 et Z (voir la [Figure I- 13](#)).

Notons que dans le cas de fluide pseudoplastique ou rhéofluidifiant, certains auteurs introduisent l'indice de comportement dans leurs corrélations de perte de charge (voir [Table I- 7](#), cf. Shah et Kale (1991)).

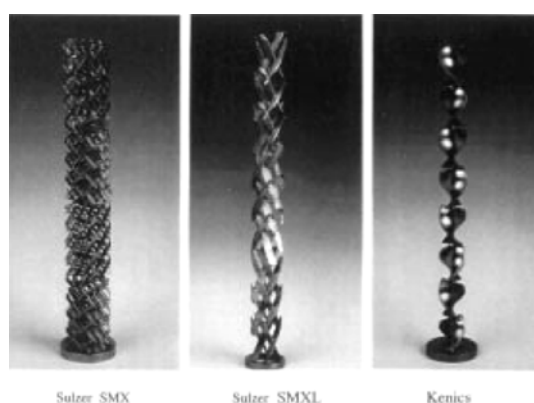


Figure I- 13 : Comparaison de la géométrie des mélangeurs SMX et SMXL de Sulzer et le KMS de Kenics
(image d'après Bayer et al. (2005))

III.C. Energie dissipée. Comparaison du mélangeur statique avec la cuve agitée

Avec l'utilisation des mélangeurs statiques l'énergie consommée peut être considérablement réduite par rapport à la cuve agitée. Ainsi, nous présentons un exemple de comparaison énergétique d'homogénéisation de fluides visqueux, dans des mélangeurs statiques et en cuve agitée (voir [Table I- 8](#)).

Ainsi pour homogénéiser 5000L de deux fluides visqueux (avec des viscosités de 1mPa.s et de 200mPa.s, en cuve agitée, 36 MJ d'énergie sont nécessaires et approximativement 1h de temps d'homogénéisation. Dans un mélangeur statique de petit volume (0,6L) et en opérant en continu, une homogénéité des deux fluides est atteinte en 0,25s (de temps de séjour) et l'énergie consommée pour l'homogénéisation du volume total de 5000L est seulement de 2MJ en 0,6h (d'après Bayer et al. (2005)).

	Cuvé agitée	Mélangeur statique SMX (L=0,5m)
Procédé	batch	continu
Volume	6000L	0,6L
Diamètre caractéristique	2m	0,04m
Puissance	10kW	1kW
Temps de séjour	1h	0,25s
Temps d'opération	1h	0,6h
Energie consommée pour le mélange de 5000L	36MJ	2MJ

Table I- 8 : Comparaison du mélangeur statique (SMX) avec la cuve agitée pour le mélange de fluides visqueux (d'après Bayer et al. (2005))

D'autre part nous pouvons noter que la dissipation énergétique au sein du mélangeur statique (due au processus de mélange) provoque une négligeable augmentation de la température adiabatique. Par exemple pour les solutions de polymères, l'augmentation de la température est de 0,05°C pour 1bar de perte de charge (cf. Meyer (2005)).

III.D. Transfert thermique

Les mélangeurs statiques sont placés à l'intérieur des échangeurs tubulaires afin de créer un mouvement radial du fluide et ainsi d'augmenter les coefficients de transfert de chaleur et obtenir un écoulement proche de celui du « piston » (cf. Streiff (1999)).

Bayer et al. (2003) constatent que dans les mélangeurs statiques le coefficient d'échange thermique est significativement amélioré par rapport au tube lisse (en général d'un facteur de 4 à 10).

III.D.1. Corrélations de Nusselt

Les coefficients de transfert thermique en régime laminaire pour un échangeur de chaleur tubulaire sont corrélés par :

$$Nu = A_1 \cdot Re^a \cdot Pr^b \left(\frac{\mu}{\mu_w} \right)^c \left(\frac{D_i}{L} \right)^d \quad \text{I- 31}$$

Avec : **Nu** est le nombre de Nusselt

A_1 est la constante caractérisant l'échangeur de chaleur

Re est le nombre de Reynolds

Pr est le nombre de Prandtl

μ est la viscosité du fluide procédé (Pa.s)

μ_w est la viscosité du fluide procédé à proximité de la paroi (Pa.s)

D_t est le diamètre de tube (m)

L est la longueur de tube (m)

La même forme de corrélation de Nusselt est utilisée pour exprimer les coefficients de transfert en mélangeur statique.

La [Table I- 9](#) récapitule les valeurs de la littérature pour A_1 , a , b , c et d pour les trois types de mélangeurs statiques SMX, SMXL et KMS.

Auteurs	Caractéristiques géométriques	Système et conditions opératoires	A_1	a	b	c	d
Streiff et al. (1999)	Tube lisse	Laminaire	0,41	0,33	0,33	0,14	
	SMXL $D_t = 0,05m$	$Re_h < 20$	1,5-1,9	0,33	0,33	0,14	
	SMX $D_t = 0,05m$		3	0,33	0,33	0,14	
	KMS $D_t = 0,05m$		1,5-2,25	0,33	0,33	0,14	
Bohnet et al. (1990)	SMXL $D_t = 0,05m$ $L = 1,4m$	$V_{max} = 12m^3/h$ $Re < 20$ $115 \leq Pr \leq 30000$	2,7	0,33	0,33		0,12
	SMX $D_t = 0,05m$ $L = 1,4m$		4,63	0,33	0,33		0,12
	KMS $D_t = 0,05m$ $L = 1,4m$		2,6	0,33	0,33		0,2
Cybulski et Werner (1986) Thakur et al. (2003)	SMXL $D_t/L = 41,0$ $D_t/L = 19,7$		0,98	0,38	0,38		
	SMX		2,6	0,36	0,36		
	KMS	$Re < 200$	1,44	0,33	0,33		
Fleury (1993) Nising (2006)	SMXL $D_t = 0,02m$	polymères	1,25	0,38	0,38	0,14	
	SMX $0,04 \leq D_t \leq 0,05m$	$Re_h \leq 20$	2,6	0,35	0,35	0,14	
Bayer et al. (2003)	SMXL $D_t = 0,05m$	$10^3 < Pe < 10^5$	0,98	0,38	0,38	0,14	
	SMX		2,6	0,35	0,35	0,14	
	KMS		1,5	0,33	0,33	0,14	

Li et al. (1996)	SMX $D_t = 0,016\text{m}$	$1500 < Pe < 105000$	3,55	0,4	0,4	0,14	0,25
Kalbitz et Bohnet (1991) (1988) ; Zlokarnik (2003)	SMXL $D_t = 0,05\text{m}$ $L = 1,4\text{m}$	Laminaire $Pr = 1000$	2,7	0,33	0,33		0,12
Zlokarnik (2003)	SMXL	$1 \times 10^4 < Pe < 3 \times 10^5$ Glycérol 88,5%	0,13	0,63	0,63		
		$5 \times 10^3 < Pe < 3 \times 10^4$ CMC 5%	1,4	0,38	0,38		
Sieder et Tate (1936)	Tube lisse	Laminaire $10 < Pe D_t / L < 10000$	1,86	0,33	0,33	0- 0,14	0,33
Auteurs	Caractéristiques géométriques	Système et conditions opératoires	A_1	a	b	c	d

Table I- 9 : Corrélations de la littérature pour le transfert thermique en mélangeurs statiques SMXL et d'autres échangeurs statiques

La constante A_1 varie de 0,98 à 2,7 pour les mélangeurs de type SMXL. Cet écart traduit les différences parmi les géométries de ces mélangeurs et le manque de similitude stricte pour les SMXL (le nombre de barres croisées, la rotation entre les éléments et les diverses techniques d'assemblage). A_1 peut atteindre des valeurs jusqu'à 4,63 pour le type SMX, et nous supposons des meilleures performances thermiques pour ce mélangeur. Les valeurs de a , b , c et d sont intrinsèques au système. La plupart des auteurs ont défini des valeurs des exposants a et b comprises entre 0,33 et 0,38. Les valeurs de a et b sont parfois forcées à 0,33, afin de pouvoir comparer le coefficient A_1 pour les différents modèles.

III.D.2. Capacité d'échange thermique. Comparaison des mélangeurs statiques avec d'autres échangeurs de chaleur

Pour terminer cette dernière partie de la synthèse bibliographique, nous présentons des études qui comparent les différents dispositifs d'échange utilisés en industrie.

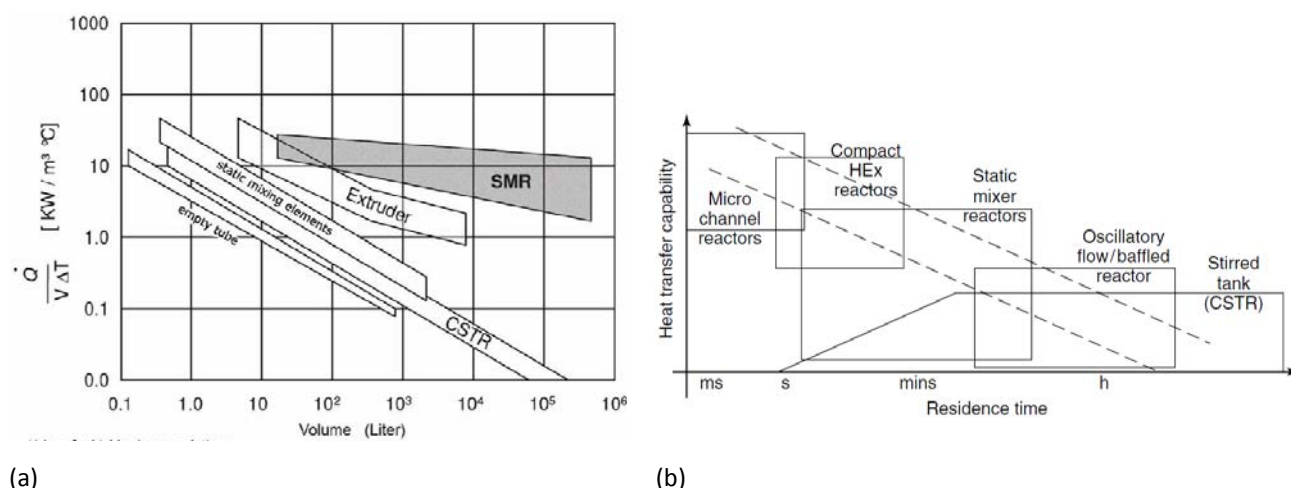


Figure I- 14 : Comparaison des échangeurs de chaleur : (a) Capacité d'échange thermique par unité de volume pour différents échangeurs de chaleur (Hierle (1994)) avec une viscosité de 10Pa.s et une vitesse du fluide de 1 à 10mm/s ; (b) Capacité d'échange thermique et le temps de séjour correspondant pour différents échangeurs de chaleur (image de Thomas (2008) et Stitt et Rooney (2010))

Les différents échangeurs de chaleur sont comparés par Streiff (1986) par rapport à leur coefficient de transfert de chaleur (voir la [Figure I- 14 \(a\)](#)). Streiff constate que la capacité de l'échange thermique des mélangeurs statiques est considérablement plus grande en comparaison à la cuve agitée (et également au tube lisse). Pour les installations industrielles de grand volume, les mélangeurs statiques SMR (voir [Table I- 1](#)) sont particulièrement efficaces. L'utilisation de ces mélangeurs statiques présente l'avantage de conserver un coefficient de chaleur quasi constant en fonction du volume de l'échangeur, dans le cas d'un scale-up.

Les mélangeurs statiques se placent en troisième position en terme de capacité thermique, après la micro et la milli échelle de réacteurs-échangeurs (voir la [Figure I- 14 \(b\)](#)). Comparés à la cuve agitée, les mélangeurs statiques permettent de réaliser des importantes rampes de température et induisent un meilleur échange thermique, pour une durée de l'opération réduite (il faut tenir compte du temps d'opération, pour le volume à traiter).

IV. Conclusions

Ce chapitre a été présenté en trois parties. La première avait pour objectif de faire un état de l'art des dispositifs d'échange pour des fluides complexes. Ensuite la deuxième partie s'intéressait à l'échange thermique et la caractérisation énergétique en cuve agitée munie d'une double enveloppe. Enfin, la troisième partie décrivait une synthèse sur l'utilisation des mélangeurs statiques pour des milieux visqueux.

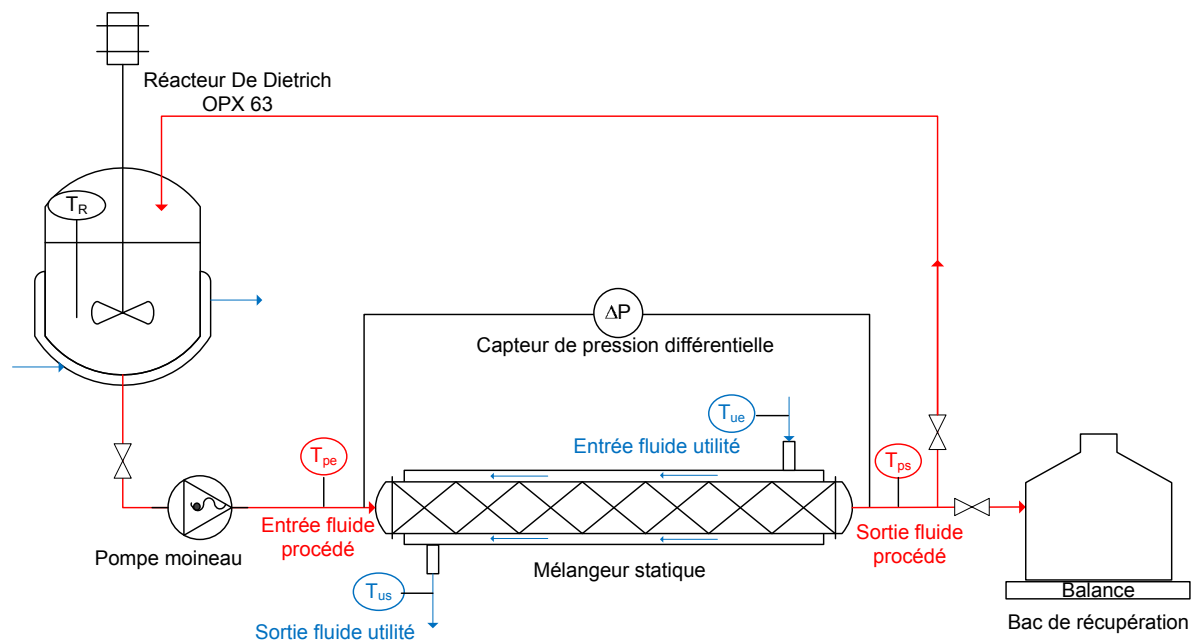
Les études en cuve agitée sont focalisées sur la caractérisation de la puissance consommée, l'efficacité du transfert thermique, l'établissement des corrélations de Nusselt. Néanmoins, il manque des travaux sur l'influence de la conduite du procédé à vitesse d'agitation stationnaire et non stationnaire sur la cinétique de refroidissement. La possibilité de piloter la vitesse d'agitation au cours du refroidissement, avec le but de diminuer le coût énergétique et/ou la durée d'opération, n'a pas été étudiée à présent. D'où l'intérêt de développer expérimentalement ce sujet. L'étude doit prendre en compte les changements importants des caractéristiques rhéologiques des fluides, ainsi que l'impact du comportement Non-Newtonien sur l'étape du refroidissement des fluides complexes.

Les mélangeurs statiques présentent une belle alternative à la cuve agitée. Ils peuvent être placés à la sortie d'une cuve agitée ou la remplacer entièrement dans une chaîne de production.

Même au prix d'une puissance élevée, consommée par les pompes, quand les produits sont thermosensibles et de viscosité élevée, il est intéressant de réduire les gradients de température (souvent présent dans la cuve) et la durée du refroidissement. Le bon mélange radial (en terme d'hydrodynamique et thermique), au sein des mélangeurs statiques, assure aussi une homogénéité de la texture du produit final. Cet aspect est très sensible dans l'industrie alimentaire, où plusieurs tonnes de produit final peuvent être jetées, suite à une mauvaise homogénéisation thermique.

CHAPITRE II

MATERIEL ET METHODE



Dans ce chapitre sont décrits les différents pilotes utilisés dans le cadre de nos travaux :

- cuve agitée à l'échelle laboratoire : le réacteur calorimétrique RC1e
- cuve agitée à l'échelle pilote : le réacteur De Dietrich
- dispositif de refroidissement en continu équipé de deux types de mélangeurs statiques-échangeurs de chaleur SMXL

Nous exposons également dans ce chapitre les méthodes mises en œuvre et le protocole appliqué durant le refroidissement des fluides complexes. Enfin nous présentons, dans la partie rhéométrie, les procédures rhéologiques utilisées pour la caractérisation des fluides modèles.

I. Le réacteur calorimètre - RC1e Mettler Toledo

I.A. Présentation du système

La première partie de cette étude est réalisée dans un réacteur calorimétrique Mettler Toledo RC1e Low Temp.

Le RC1e est avant tout un calorimètre. Il se révèle être aussi un réacteur thermostaté et permet de contrôler et de suivre l'évolution d'une réaction chimique grâce à un logiciel WinRC.

Le RC1e permet l'automatisation de plusieurs étapes ou de réactions à l'échelle du litre et permet de suivre en temps réel plusieurs variables du procédé. Il est équipé d'une agitation mécanique et d'un système thermostaté sophistiqué (système de chauffage et de refroidissement, contrôle précis de la température grâce à un temps de réponse rapide du thermostat).

Le logiciel WinRC est utilisé pour le contrôle du réacteur et pour l'acquisition des données.



Figure II- 1 : Montage du RC1e et des équipements associés

I.A.1. Schéma du montage

Le réacteur est constitué d'une cuve cylindrique à double enveloppe, en verre de diamètre T égal à 0,082m, à fond bombé. Dans nos essais la cuve est remplie d'un fluide avec un volume de travail : 0,36L ($H=T$) ou 0,6L ($H/T=1/6$) (avec H : hauteur du fluide, T : diamètre de la cuve). Le fluide caloporteur qui circule dans la double enveloppe est de l'huile de silicone (LowTemp silicon oil). La cuve est munie d'un agitateur de type ancre. Ce mobile d'agitation raclant génère un écoulement de type tangentiel.

Le réacteur est équipé de deux sondes de température type PT100, l'une située à l'entrée de la double enveloppe (T_j), l'autre à mi-hauteur dans la cuve, entre l'axe de l'agitateur et les pales de l'ancre (T_r).

Le RC1e permet de suivre en temps réel les températures T_j et T_r , et la vitesse de l'agitation mécanique (N).

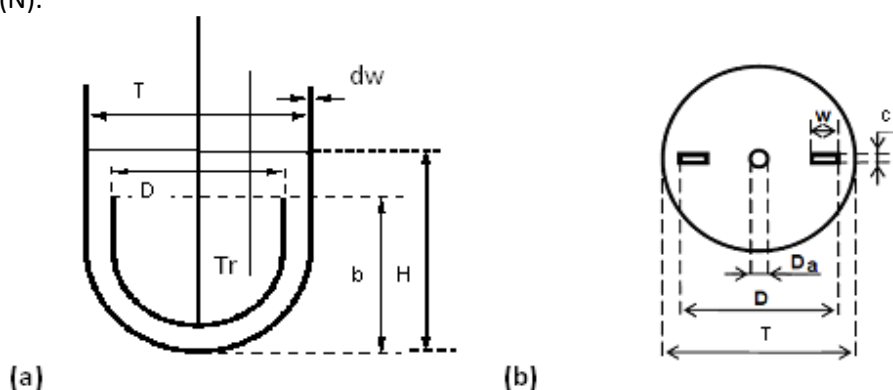


Figure II- 2 : Représentation schématique du système d'agitation muni d'une ancre : (a) Coupe verticale ; (b) Coupe horizontale

(m)	T	D	b	c	w	c/T	b/D	T/D	T/c
	0,082	0,075	0,083	0,007	0,010	0,085	1,107	1,093	11,714

Table II- 1 : Caractéristiques géométriques du système agité

Le diamètre de l'ancre est de $D=0,075\text{m}$, ce qui donne une valeur pour l'entrefer c de $0,007\text{m}$. Toutes les caractéristiques géométriques du système agité sont présentées dans la [Table II- 1](#).

I.A.2. Le système thermostaté

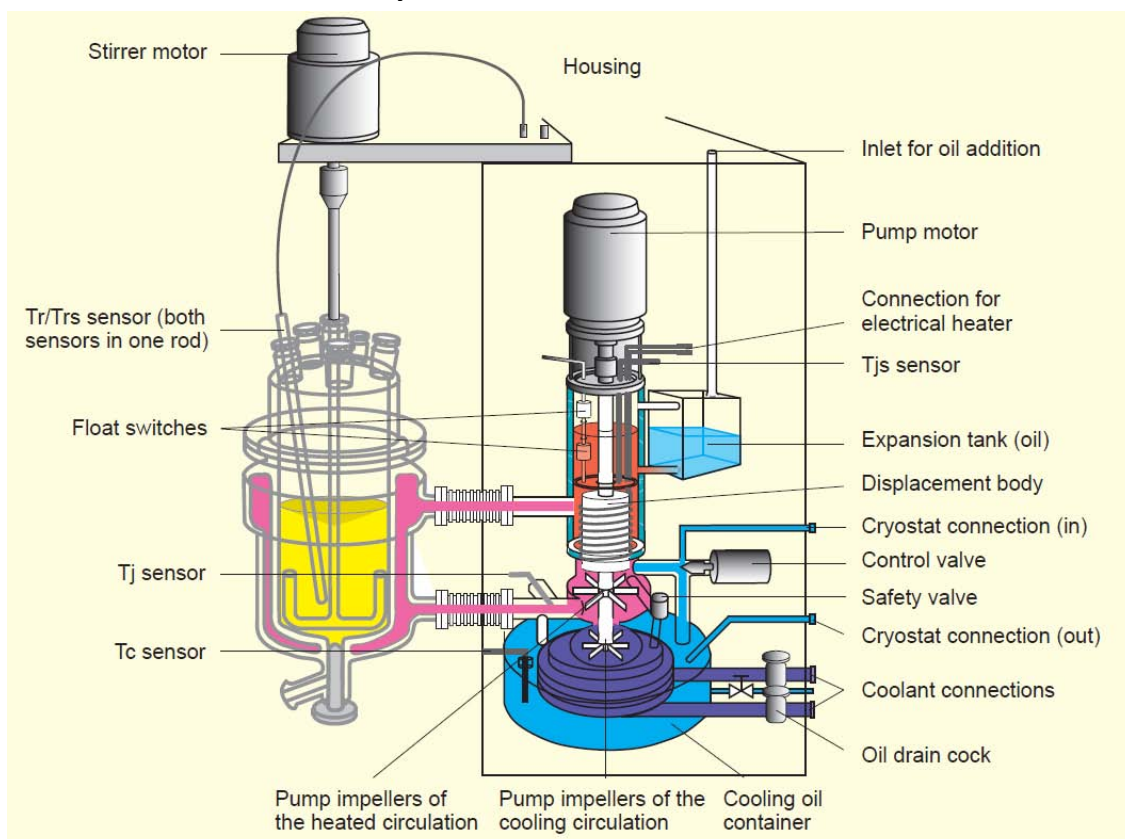


Figure II- 3 : Représentation schématique du système thermostaté

Le système thermostaté du RC1e se compose de deux circuits d'huile : le circuit principal de chauffage (en rose sur la Figure II- 3) contenant le fluide caloporteur circulant dans la double enveloppe du réacteur, et un circuit refroidi (en bleu sur la Figure II- 3). Les deux circuits sont séparés par une vanne de régulation (« control valve » sur la Figure II- 3). La température est régulée par le chauffage de l'huile ou par l'alimentation d'huile froide dans le circuit principal. Cette régulation extrêmement rapide de la température de l'huile utilisée, maintient ainsi la température du contenu du réacteur à la température de consigne T_{set} .

Le principe de mesure calorimétrique du RC1e repose sur la mesure en continu de la différence de température $T_j - T_r$. Sur cette différence se basent les informations sur le déroulement de la réaction (du processus), sur le dégagement de chaleur de réaction, ainsi que sur les propriétés de transfert de chaleur.

I.A.3. Modes de fonctionnement

Le RC1e possède quatre modes de régulation de température.

- Mode T_j (régulation de la température de l'enveloppe)

- Mode T_r (régulation de la température de la masse réactionnelle)
- Mode Ad (compensation des pertes de chaleur)
- Mode distillation (distillation et reflux)

Dans cette étude, deux modes ont été utilisés : Mode T_j et mode T_r . Ce type de fonctionnement permet de suivre et/ou de réguler la température du milieu réactionnel T_r et la température du fluide caloporteur T_j .

1.A.3.a) Mode T_j – Régulation de la température de la double enveloppe

La conduite de la température de l'enveloppe, T_j , est isotherme ou dynamique (avec fonction de saut ou avec rampe). Les écarts avec la valeur de la température de la consigne sont compensés par chauffage ou refroidissement du fluide utilité. Cette température est contrôlée par défaut dès le début de l'expérience.

Ce mode correspond au comportement d'un réacteur industriel ou avec une enveloppe de chauffage et de refroidissement simple.

Le mécanisme de régulation de T_j est montré sur la [Figure II- 4](#) :

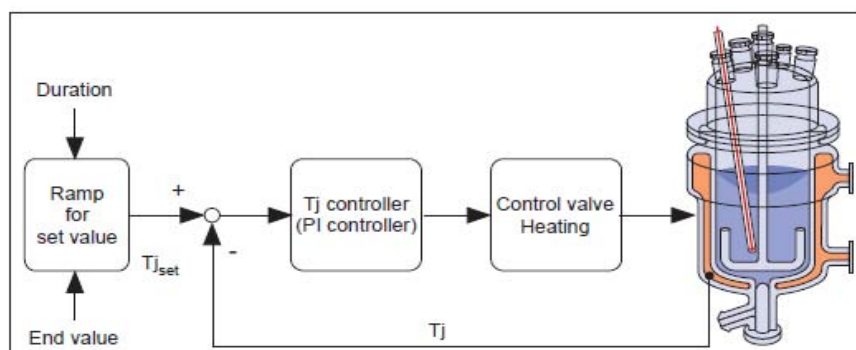


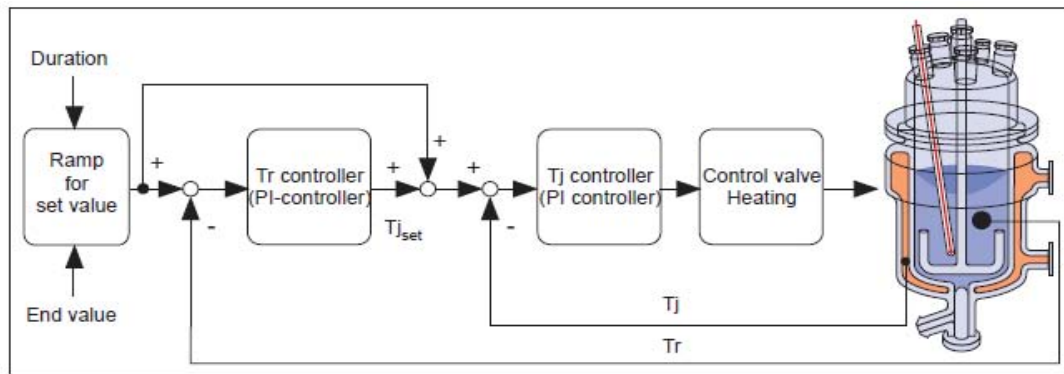
Figure II- 4 : Régulation de T_j

1.A.3.b) Mode T_r – Régulation de la température de la masse réactionnelle

La conduite de la température à l'intérieur de la cuve, T_r , est isotherme ou dynamique (c'est-à-dire par saut de température ou avec une rampe). Les écarts de la température à l'intérieur du réacteur, T_r , avec la valeur de consigne T_{set} sont compensés par une correction de la température de la double enveloppe, T_j . Le régulateur de T_r est un régulateur en cascade.

Ce mode est surtout utilisé lorsque les réactions sont réalisées à température constante (isotherme).

Le mécanisme de régulation de T_r est montré sur la [Figure II- 5](#).

Figure II- 5 : Régulation de T_r

I.A.4. Quick Cal

Afin d'effectuer le bilan thermique du système, il est indispensable de déterminer la chaleur échangée à la paroi :

$$Q_{flow} = UA(T_r - T_j)$$

II- 1

Le facteur de proportionnalité $U.A$ est déterminé par calibrage calorimétrique (Quick Cal) à l'aide du chauffage d'un étalon électrique fournissant une puissance calorifique dans le réacteur. La chaleur libérée (Q_c) par le chauffage d'étalon cause une différence de température $T_r - T_j$. Ainsi en se basant sur l'équation II- 1 (pour Q_{flow}), une nouvelle valeur exacte de $U.A$ est calculée à chaque étalonnage et est mise en mémoire avec les autres valeurs de mesure. Autant d'étalonnages que nécessaire peuvent être effectués pendant une expérience.

La surface de transfert de chaleur A dépend de la forme du réacteur et de la profondeur du vortex formé par l'agitation. Cette profondeur dépend de la vitesse d'agitation N et de la viscosité du fluide μ .

La méthode du Quick Cal est rapide (de 15 à 30min) et bien précise. Elle procède en deux étapes :

- Attente de stabilisation des températures du réacteur et de la double enveloppe
- Calibrage qui permet d'obtenir $U.A$

I.B. Paramètres d'étude

Au cours de nos travaux, les différents types de **paramètres testés** pour le procédé de refroidissement sont les suivants :

- Paramètre physico-chimique : Viscosité (ou la rhéologie) (en fonction de la nature du fluide utilisé- Newtonienne et non Newtonienne)
- Paramètres hydrodynamiques (ou opératoires) : Vitesse d'agitation, hauteur de liquide

I.C. Protocole expérimental

Le protocole opératoire suivant est mis en œuvre :

1. Mise en marche le groupe froid ;
2. Mise en route du réacteur et lancement du logiciel Win RC ;
3. Choix du mode de fonctionnement ;
4. Introduction des caractéristiques du fluide dans la section « Process diagram » : masse, m et masse volumique, ρ ;
5. Définition des conditions opératoires de chaque étape (s'il y en a plusieurs) dans la section « Process sequence » : températures de consigne de la double enveloppe T_j , et du réacteur, T_r ; vitesse d'agitation, N (nommée R dans le logiciel), et durée de l'opération (si nécessaire) ;
6. Lancement du programme et vérification si l'agitation est bien mise en marche ;
7. Récupération des données expérimentales en fichier Excel sur disquette ;

* Précautions : La différence de température entre T_j et T_r ne doit pas dépasser $\Delta T=30^\circ\text{C}$ (afin d'éviter le choc thermique sur le verre)

I.D. Expériences de refroidissement. Mode T_j

Deux séries d'expériences de refroidissement sont réalisées avec des conditions de fonctionnement différentes. Il s'agit de refroidir le fluide dont la température initiale dans le réacteur est de $T_{r,i}=50^\circ\text{C}$ à une température finale de $T_{r,fin}=25^\circ\text{C}$ (des refroidissements jusqu'à $T_{r,fin}=22^\circ\text{C}$ ont aussi été réalisés). La température du fluide utilité est maintenue constante à $T_j=20^\circ\text{C}$. Le volume de travail est de 0,36L et 0,6L ($H=T$ et $H/T=1,6$). Les fluides utilisés sont décrits à la fin de ce chapitre. Des études de répétabilité des expériences sont aussi effectuées.

I.D.1. Expériences de refroidissement à vitesse d'agitation constante

Cette première série d'expériences a été menée à vitesse d'agitation constante au cours du temps (voir la Table II- 2 qui présente les paramètres expérimentaux).

Température de début, T_{ri} (°C)	Température de fin, $T_{r\ fin}$ (°C)	Température du fluide caloporteur, T_j (°C)	Vitesse d'agitation, N (rpm)
50	22, 25 et 30	20	De 0 à 350

Table II- 2 : Paramètres expérimentaux

Ainsi pour une vitesse d'agitation fixée N (rpm) nous obtenons expérimentalement la durée de refroidissement t (h) nécessaire au système de refroidir le fluide chaud.

I.D.2. Expériences de refroidissement à vitesse d'agitation variable - Pilotages

La seconde série d'expériences est conduite en effectuant un pilotage, ce qui consiste en une programmation de la vitesse d'agitation et de sa variation au cours du temps et ce par paliers. Ainsi, nous fixons une vitesse d'agitation N_1 (rpm) de début de refroidissement (à $T_r = 50^\circ\text{C}$), pour un intervalle de temps t_1 (min). Au bout de cette durée t_1 (min), une deuxième vitesse d'agitation N_2 (rpm) est fixée pour une durée t_2 (min) et ainsi de suite. La fin de la dernière étape de refroidissement correspond à l'arrêt de l'expérience. Cette durée n'est pas déterminée au préalable.

II. Réacteur De Dietrich Optimix

II.A. Présentation du système

Le réacteur De Dietrich est une cuve agitée en acier inoxydable et de surface interne émaillée, équipée d'une double enveloppe. Le diamètre interne de cuve est $T = 0,486\text{m}$, avec un fond bombé et trois chicanes positionnées à 120 degrés. Le mobile d'agitation est une turbine Optifoil à trois pales de diamètre $D = 0,3\text{m}$, à pompage vers le bas.

Le système est présenté sur la [Figure II- 6](#).

Durant toutes les expériences, le volume opérationnel est gardé constant, $V = 60\text{L}$, ce qui correspond à une hauteur de liquide $H = 0,42\text{m}$. Cette configuration est choisie afin que la hauteur du fluide soit égale au diamètre de cuve, $H \approx D$.

II.B. Schémas du montage

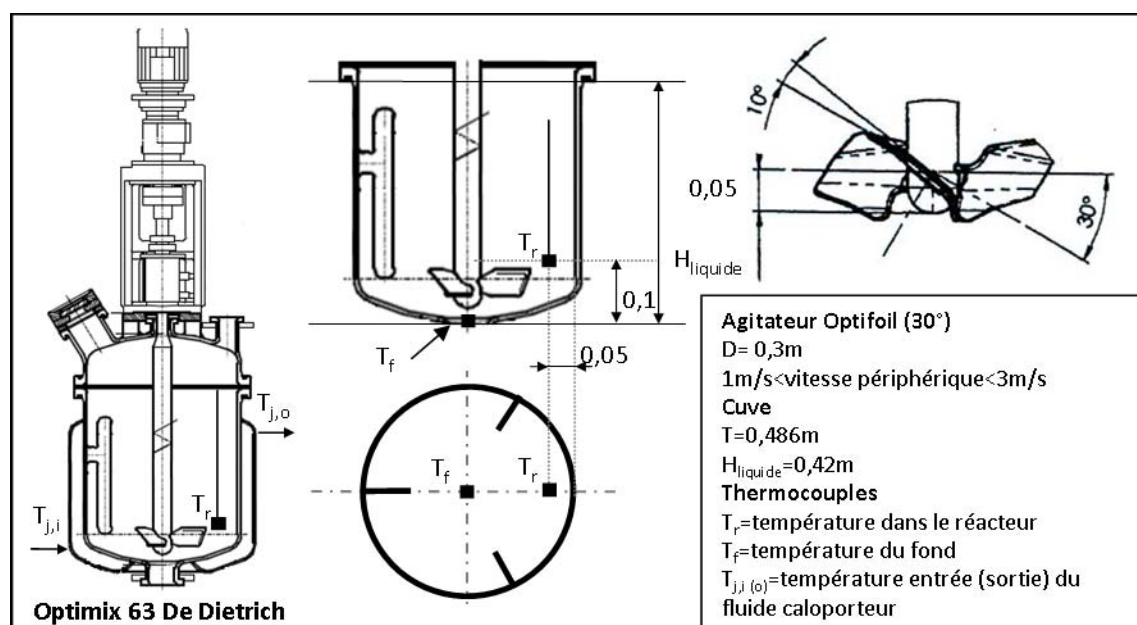


Figure II- 6 : Schéma du montage : Réacteur De Dietrich, emplacement des thermocouples et mobile d'agitation Optifoil

II.C. Eléments du système

II.C.1. Détails techniques

Les Détails techniques du système De Dietrich sont récapitulés dans la Table II- 3.


Equipement	Matériau	Détails techniques
Cuve		Volume optimal, $V=65L$
- cylindrique	Acier inoxydable P 235 GH	Diamètre cuve, $T=0,486m$
- fond bombé	Surface emailée :	Epaisseur paroi inox = $0,011m$
- 3 chicanes	Email DD3009U	Epaisseur de l'émail = $0,001m$
Moteur d'agitation		Vitesse de rotation, $N=$ de 0 à 190rpm
		Puissance, $P= 0,75kW$
Mobile d'agitation		
Optifoil		Diamètre, $D=0,3m$
	Acier inoxydable	Flux primaire : type axial
		Vitesse périphérique conseillée : de 1 à 3m/s
(voir schéma en <u>ANNEXE B</u>)		
Double enveloppe	Acier inoxydable	Volume, $V=25L$
		Diamètre interne $T_{int}=0,508m$
		Diamètre externe $T_{ext}=0,588m$
		Simple

Table II- 3 : Détails techniques concernant le pilote utilisé (données fournies par la société fabricant De Dietrich)

II.D. Mesure des températures

II.D.1. Sondes de mesure

Les sondes utilisées pour la mesure des différentes températures du liquide agité et du fluide caloporteur sont décrites ci-dessous:

- Température du liquide à l'intérieur de la cuve, T_r – Pt100 dans un tube de guidage (+/- $0,1^\circ C$) (voir implantation sur le schéma, Figure II- 6) ;
- Température du liquide au fond de la cuve, T_f –sonde Pt100 intégrée dans le clapet de vanne (vanne casse-croute) ;

- Les températures d'entrée (inlet)/sortie (outlet) du fluide caloporteur, $T_{j,i}/T_{j,o}$ – thermocouples de type K Chromel-Alumel de diamètre 1mm (dans un doigt de gant), précision (+/- 0,1°C).

II.D.2. Mesure de la température de surface¹

Pour certaines expériences, nous avons mesuré la température de surface à l'aide d'un thermomètre infrarouge Flashpoint FX 400, Jules Richard instruments. Cet instrument mesure l'intensité du rayonnement infrarouge émis par l'objet à mesurer et calcule la température de surface de celui-ci (précision $T=+/- 0,1^{\circ}\text{C}$). Un étalonnage de l'appareil avant l'utilisation est nécessaire. Il est réalisé avec la correction de la valeur de l'émissivité du matériau e^* avec le fluide à température connue (mesurée avec un thermocouple).

($e^*_{\text{Carbopol}} = 0,9$ et $e^*_{\text{Glycérol}}=1,2$)

Cette mesure est manuelle et est réalisée à travers le hublot d'accès. La prise de la température varie avec l'intensité du faisceau du laser : plus l'angle formé par le laser et la surface du fluide tend vers 90° plus l'intensité tend vers 100% et la mesure est correcte. Le petit diamètre du hublot rend cette manipulation difficile et l'intensité du faisceau n'est pas toujours la même (variations de 50 à 90%).

II.E. Acquisition des données

Le pilote est équipé d'un système d'acquisition des données, qui fonctionne de manière analogique. Les données sont exportées sur ordinateur avec une carte mémoire PC MCIA, et à l'aide du logiciel ReadWin32.

II.F. Bain thermostaté

Le chauffage ou le refroidissement du réacteur est assuré par une huile de transfert thermique circulant dans la double enveloppe. Au cours des travaux, deux bains thermostatés ont été utilisés. Ils sont présentés dans les paragraphes suivants.

II.F.1. Bain thermostaté Vulcatherm

Le bain thermostaté Vulcatherm, initialement installé sur le pilote, a des caractéristiques suivantes :

- Modèle Vulcatherm 10813
- Huile de transfert thermique : Thermelf ETA 32
- Puissance de chauffe (-5 + 10%)= 14 kW

¹ La surface libre du fluide

- Débit du fluide caloporteur- Débit nominal= $3\text{m}^3/\text{h}$
- Pression =10 bars

Cependant ce bain thermostaté fonctionne uniquement en mode chauffe. Ainsi pour le refroidissement un système extérieur au bain thermostaté a été conçu avec un passage de l'huile caloporteur par un échangeur à plaque Alfa Laval Thermal Inc. (Richard, VA (USA), Model CB 26-24H, V22). Cet échangeur est refroidi avec l'eau provenant du réseau, disponible à une température comprise entre 18 et 23°C. Les inconvénients de ce système de refroidissement sont :

- Température du réseau non contrôlable, non constante (dépend de la température (« ambiante ») de saison (été, hiver)
- Le débit de l'eau n'est pas contrôlé et est très important (grande quantité de l'eau consommée 60L/min).

II.F.2. Bain thermostaté Lauda XT 1850W

Le bain thermostaté Lauda a des caractéristiques suivantes :

- Huile caloporteur KRYO 55 ;
- La pompe fonctionne à 8 niveaux, assurant un débit compris entre 35 et 90L/min.

Les courbes caractéristiques de la pompe ainsi que des propriétés physico-chimiques du fluide caloporteur sont présentées en annexes (ANNEXE A).

Pour toutes les expériences, la pompe est réglée au niveau maximal d'utilisation, soit $5,4\text{m}^3/\text{h}$ (90L/min).

II.G. Protocole expérimental

Le protocole opératoire est décrit ci-dessous :

1. Mise en marche de la chaudière ;
2. Détermination de la température de consigne du fluide utilité, T_j ;
3. Mise en route de l'interrupteur général du réacteur De Dietrich ;
4. Définition de la vitesse d'agitation ;
5. Pour l'étape de refroidissement, ouvrir la vanne d'arrivée de l'eau de ville, nécessaire pour le refroidissement du fluide utilité
6. Suivi de l'opération avec l'afficheur : variation de T_j , T_r et N avec le temps, t ;
7. Récupération des données expérimentales avec une carte mémoire PC MCIA

II.H. Mode opératoire

Une fois le fluide chauffé à $T_r > 83^\circ\text{C}$ (à une vitesse d'agitation fixée à 170rpm), le refroidissement est lancé. Nous nous intéressons aux valeurs de T_r , T_f , T_j enregistrées à partir d'une température initiale $T_{r\ i} = 80^\circ\text{C}$ jusqu'à une température $T_{r\ fin} = 30\text{-}35^\circ\text{C}$. La température du fluide caloporteur est $T_j = 25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ (avec le bain thermostaté Vulcatherm) et de $T_j = 20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ (avec le bain thermostaté Lauda)¹.

Deux séries d'expériences de refroidissement sont réalisées. Nous appliquons le même mode opératoire comme pour les expériences dans le RC1e (décrite plus haut).

II.H.1. Vitesse d'agitation constante

Les premières expériences sont réalisées à vitesse d'agitation constante durant chaque refroidissement.

Température de début, $T_{r\ i}$ ($^\circ\text{C}$)	Température de fin, $T_{r\ fin}$ ($^\circ\text{C}$)	Vitesse d'agitation, N (rpm)
80	de 30 à 35	de 15 à 170

Table II- 4 : Paramètres expérimentaux

Nous récapitulons l'ensemble des conditions opératoires dans la Table II- 4. Suivant la même stratégie comme dans le cas du RC1e, une expérience à N_{ref} est définie et servira pour comparaison des expériences de pilotage décrites dans le paragraphe suivant.

II.H.2. Vitesse d'agitation variable. Pilotages

Le second type de refroidissement est réalisé à vitesse d'agitation variable durant l'expérience (même méthodologie que pour les expériences réalisées dans le réacteur RC1e).

¹ Pour le Glycérol nous avons utilisé seulement le bain thermostaté Vulcatherm.

III. Mélanges statiques SMXL

Dans cette partie sont décrits les équipements utilisés pour étudier le refroidissement en mélangeurs statiques. Le pilote a été conçu pour être facilement démontable, permettant de modifier facilement le type de mélangeur statique.

III.A. Descriptif des deux géométries (type ellipse et type bande)

Les deux designs de mélangeurs statiques étudiés par la suite sont présentés sur la [Figure II- 7](#) (type BANDE, SMXL-B et type ELLIPSE, SMXL-E). Les caractéristiques géométriques sont exposées dans la [Table II- 5](#) et ensuite la [Figure II- 8](#) présente l'ensemble de dispositif : mélangeur statique-échangeur de chaleur. Ces outils de mélange sont fabriqués par la société Sulzer (avec années de fabrication : pour SMXL-E en 1979 et pour SMXL-B en 1989). Le diamètre de 10 mm (DN10) permet de travailler avec des éléments de taille suffisante pour ne pas prendre en compte des effets de bords trop importants. Ce petit diamètre représente une facilité des expériences en échelle pilote, surtout en terme de quantité de fluide utilisée.

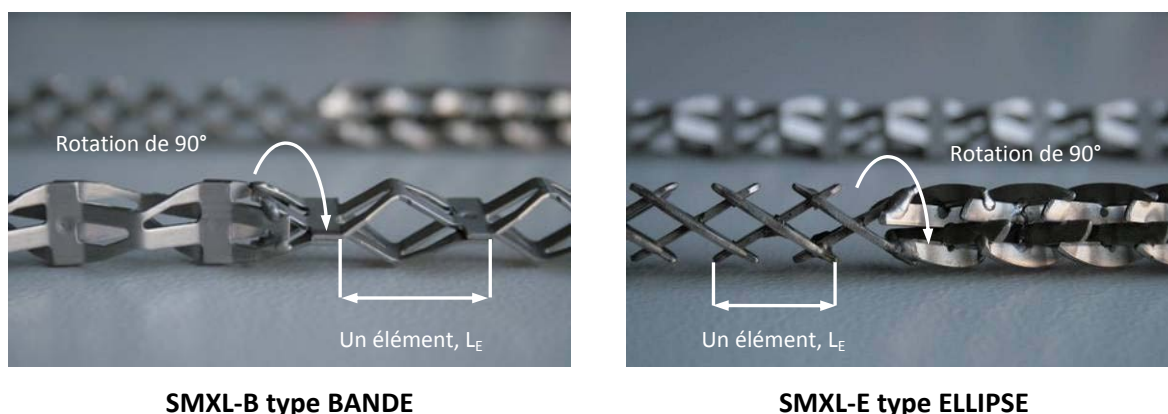


Figure II- 7 : Présentation des deux designs de SMXL utilisés. Figure à gauche SMXL-B, figure à droite SMXL-E

Les porosités des mélangeurs SMXL-E et SMXL-B étudiés sont différentes. Ceci résulte des différences géométriques et de la fabrication spécifique. Chaque élément de mélangeur présente un rapport longueur/diamètre (L_E/D_t) de 1 pour SMXL-E et de 1,7 pour SMXL-B et un angle de 30° entre chaque barre transversale et l'axe du tube. Le mélangeur statique de type SMXL-B est composé de 50 éléments et le SMXL-E de 81 éléments, pour une longueur de 1m (L). Il est important de noter que les éléments du SMXL-B sont soudés par paquet de 5 (5 éléments consécutifs avant une rotation de 90°) et ceux du SMXL-E sont par paquet de 9 (avant rotation) (voir la [Figure II- 7](#)).



Paramètre	Unité	SMXL bande (SMXL-B)	SMXL ellipse (SMXL-E)
			
Diamètre de tube, D_t	[mm]	10	10
Diamètre hydraulique, D_h	[mm]	5,1	3,8
Porosité, ϵ	[-]	0,9	0,8
Longueur un élément, L_E	[mm]	17	10
Longueur, L	[mm]	1000	1000
Nombre d'éléments avant rotation, (cf. Figure II- 7)	[-]	5	9
Rotation		90°	90°
Nombre d'éléments en 1 mètre de mélangeur	[-]	50	81
Aspect ratio, L_E/D_t	[-]	1,7	1
Matériel		inox	inox

Table II- 5 : Caractéristiques des mélangeurs statiques utilisés (fournies par la société Sulzer)

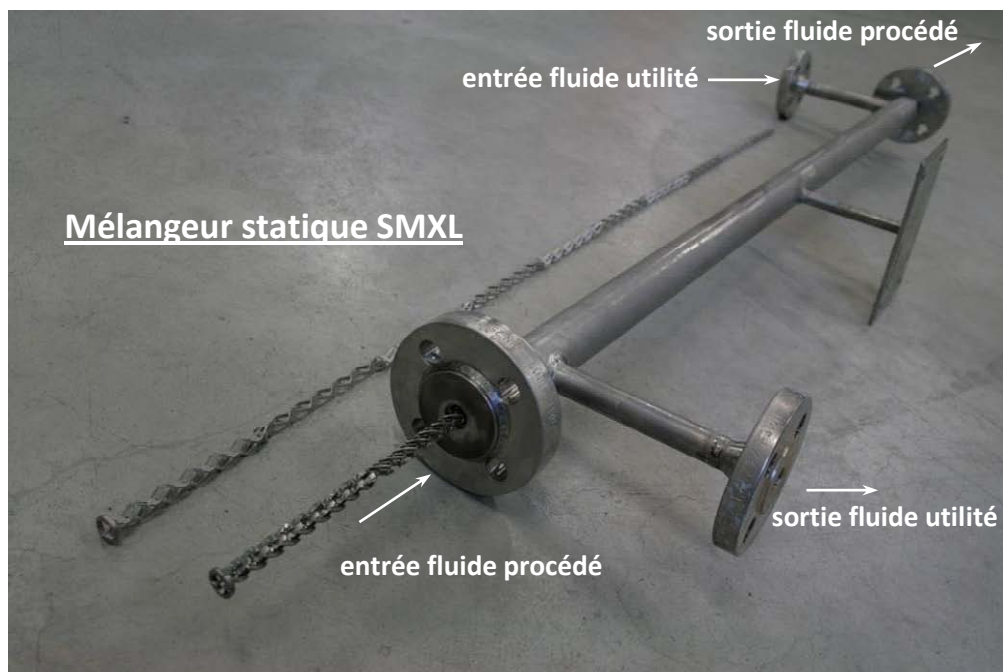


Figure II- 8 : Présentation du mélangeur statique SMXL

Viscosité [Pa s]	Débit [kg/h]	Perte de charge [bar]
0.001	10	0.0039
	100	0.213
	1000	19.61
0.01	10	0.021
	100	0.383
	1000	21.3
0.1	10	0.189
	100	2.08
	600	18.4
1	10	1.89
	50	9.47
	100	18.8
10	1	1.89
	10	18.84
	30	56.6
100	0.5	9.4
	1	18.8
	3	56.6
1000	0.01	1.89
	1	18.8
	2	37.6

(a)

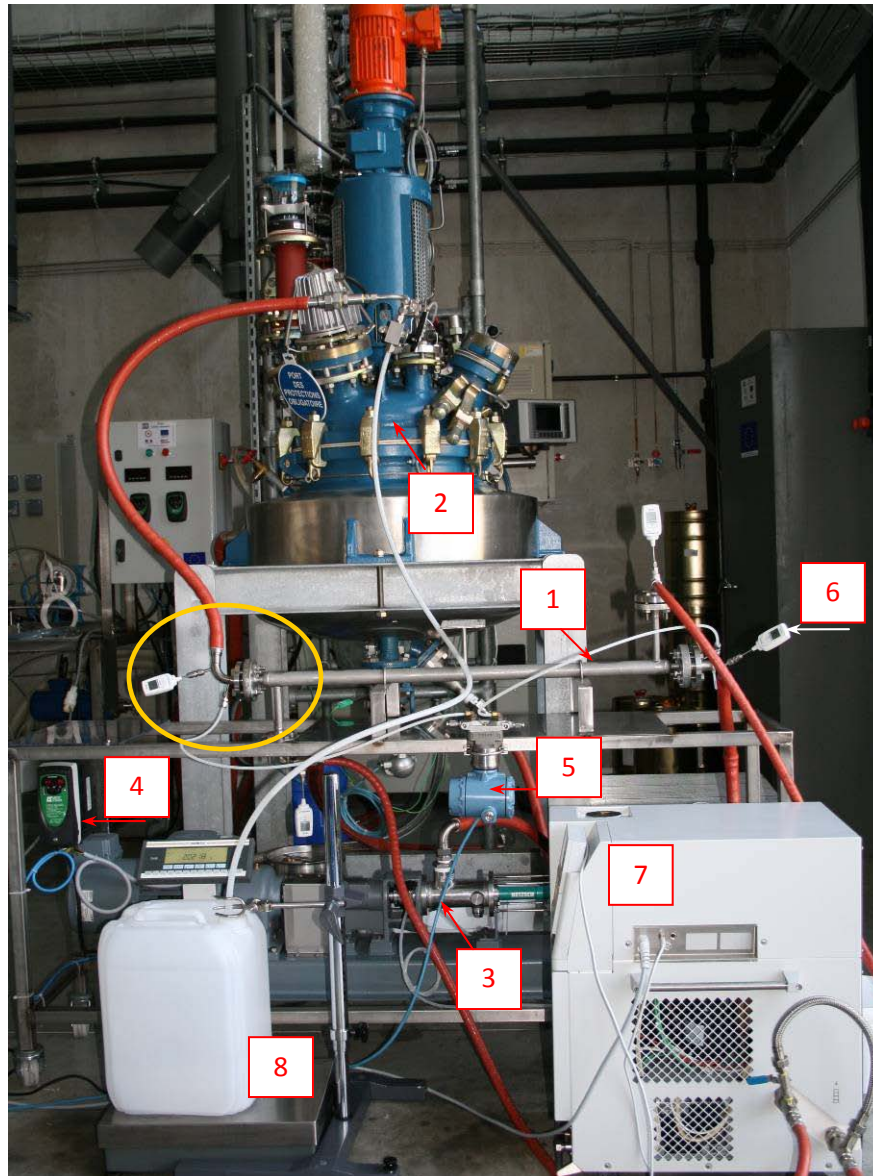
Viscosité [Pa s]	Débit [kg/h]	Perte de charge [bar]
0.001	10	0.002
	100	0.115
	1000	10.86
0.01	10	0.008
	100	0.174
	1000	11.45
0.1	10	0.066
	100	0.768
	600	7.844
1	10	0.6615
	50	3.3145
	100	6.58
10	1	0.6615
	10	6.594
	30	19.81
100	0.5	3.29
	1	6.58
	3	19.81
1000	0.01	0.6615
	1	6.58
	2	13.16

(b)

Table II- 6 : Description technique auprès de Sulzer. Données procédé : (a) caractéristiques pour SMXL-E et (b) caractéristiques pour SMXL-B. Pour un fluide avec une capacité calorifique égal à $C_p=2500\text{J/kgK}$, une conductivité thermique égal à $\lambda=0,15\text{W/mK}$ et une masse volumique de $\rho=1000\text{kg/m}^3$

Pour chaque mélangeur, nous exposons dans la [Table II- 5](#) les valeurs des diamètres D_t et D_h . Et puis nous précisons lequel des deux est pris comme longueur caractéristique dans les calculs se rapportant au transfert de chaleur ou aux pertes de charge. De manière rigoureuse, le diamètre hydraulique D_h du mélangeur devrait être considéré comme la longueur caractéristique de ce dernier. Cependant la majorité des auteurs qui ont étudié les mélangeurs statiques généralisent leurs calculs en utilisant le diamètre de tube D_t . La [Table II- 6](#) représente la description technique des mélangeurs statiques auprès de Sulzer.

III.B. Présentation du dispositif expérimental



1. Mélangeur statique SMXL
2. Réacteur De Dietrich OPX 62
3. Pompe moineau Nemo, société NETZSCH ($p_{\max}=40\text{bar}$) (données techniques -en [ANNEXE E](#))
4. Variateur de fréquence du moteur de la pompe
5. Capteur de pression Rosemont de 0 à 15 bar avec +/- 5% de précision
6. Thermocouples type T, TD10, société VWR, tolérance : +/- 0,8°C (4 capteurs sur le pilote SMXL)
7. Bain thermostaté Lauda Intégral XT 150
8. Balance

Figure II- 9 : Photographie du pilote SMXL

Les [Figure II- 9](#) et [Figure II- 10](#) représentent respectivement la photographie de l'ensemble du banc expérimental, ainsi que le schéma de fonctionnement du pilote.

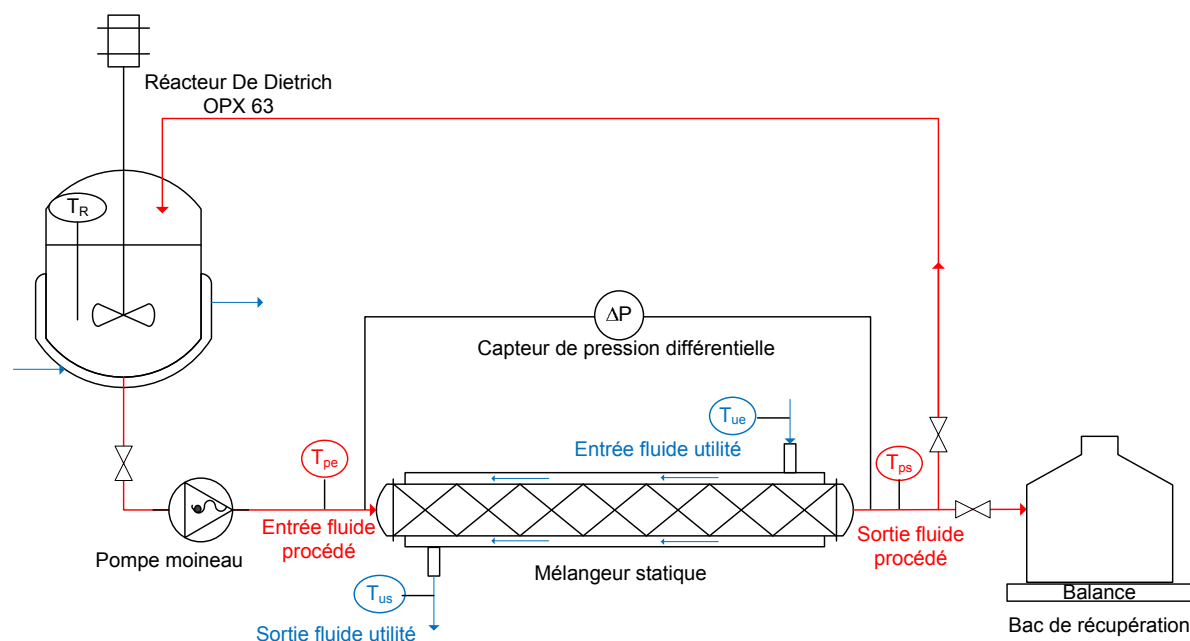


Figure II- 10 : Schéma du dispositif expérimental

Sur le schéma de la [Table II- 7](#) nous présentons les caractéristiques géométriques des tubes d'alimentation.

Les diamètres D_{int} et D_{ext} du tube externe serviront à estimer le type d'écoulement du fluide utilité, son nombre de Reynolds (cf. [ANNEXE A Débit d'écoulement du fluide utilité](#)).

Equipement	Caractéristiques géométriques	Valeurs (mm)
Tube interne -	Diamètre tube, D_t	10
Fluide procédé	Epaisseur paroi, e	1,5
Tube externe -	Diamètre interne, D_{int}	13
Fluide utilité	Diamètre externe, D_{ext}	28,5

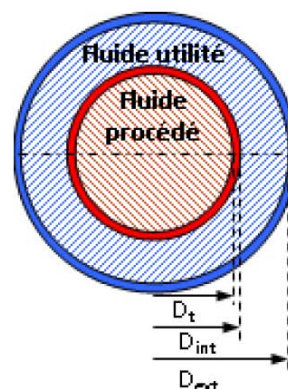


Table II- 7 : Caractéristiques géométriques des tubes d'alimentation. Tube interne de circulation de fluide procédé et tube externe de circulation du fluide utilité

La prise de température est importante pour la détermination des constantes physico-chimiques. Nous avons placé des thermocouples de type T en entrée et en sortie de tube utilisé et procédé (voir Figure II- 11).

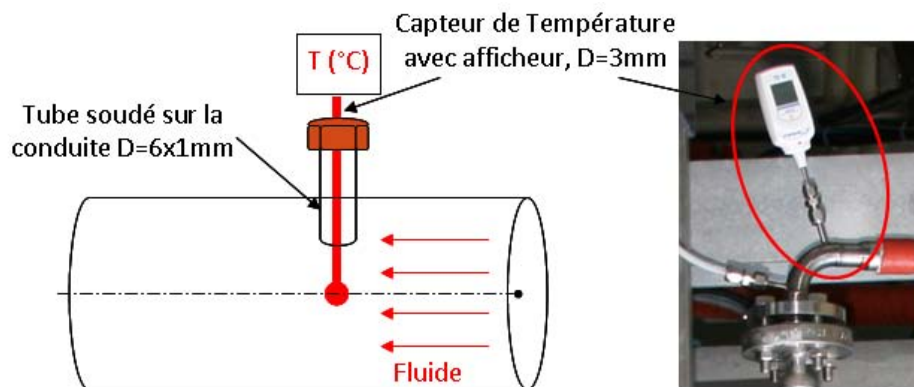


Figure II- 11 : Montage des capteurs de température, (la même technique est utilisée pour l'entrée/sortie de capteur de pression différentiel)

III.C. Caractérisation des performances thermo-hydrauliques des mélangeurs statiques

III.C.1. Mesure des pertes de charge

La mesure de la perte de charge pour les deux modèles de mélangeur statique (SMXL-E et SMXL-B) est effectuée avec un capteur de pression différentiel Rosemont (de 0 à 15 bar avec +/- 5% de précision). Il est raccordé en entrée et en sortie du tube contenant le mélangeur statique.

Le protocole opératoire suivant est mis en œuvre :

III.C.2. Protocole expérimental

1. Mise en route du thermostat
2. Alimentation en produit du mélangeur statique ;
3. Purge du capteur de pression pour chasser l'air du mélangeur statique et des prises de pression (les tuyaux du capteur de pression sont remplis au préalable avec de l'eau à cause de la viscosité importante du fluide procédé –afin d'éviter tout risque de contamination de la membrane du capteur de pression différentiel);
4. Arrêt du débit ;
5. Vérification du zéro du capteur ;
6. Remise en marche de la pompe d'alimentation ;
7. Mesure de la différence de pression pour chaque débit.

III.D. Caractérisation des performances thermiques

Pour caractériser les performances thermiques de chaque géométrie, les expériences consistent à refroidir le fluide chaud (le fluide « procédé ») avec un fluide froid (le fluide « utilité »).

Le fluide procédé est préalablement chauffé dans le réacteur De Dietrich jusqu'à une température de $50^{\circ}\text{C} < T < 60^{\circ}\text{C}$, et ensuite amené par la pompe à un débit donné (dans la gamme de 10 à 50 kg/h) vers le mélangeur statique où il est refroidi par le fluide utilité (réglé à une température de consigne $T_u = 10, 15$ et 20°C). Le schéma (cf. Figure II- 12) montre la circulation en contre courant des deux fluides.

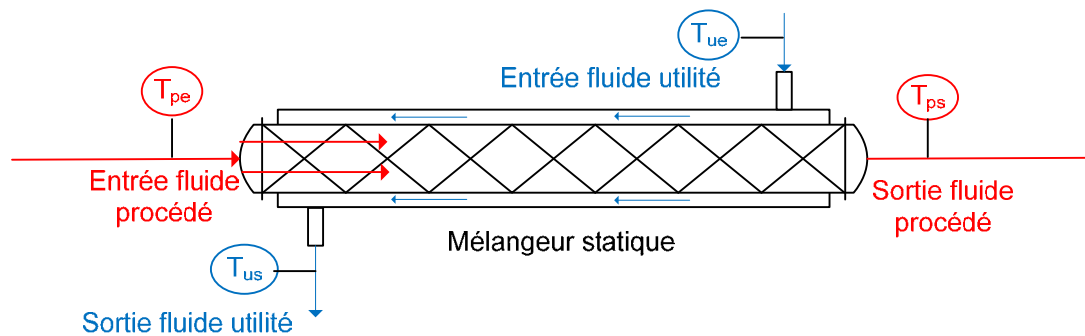


Figure II- 12 : Circulation des fluides dans le mélangeur statique- montage en contre-courant. Emplacement des thermocouples T_{ue}/T_{us} =Température entrée/ sortie fluide utilité, T_{pe}/ T_{ps} =Température entrée/sortie fluide procédé

L'étude des performances thermiques est réalisée pour chaque type de mélangeur statique SMXL et également en tube lisse (sans le mélangeur statique).

III.D.1. Protocole expérimental

Le protocole opératoire suivi pour chaque campagne d'expériences est le suivant :

1. Mise en route du fluide de refroidissement au débit souhaité ;
2. Mise en route du fluide procédé ($\sim 50^{\circ}\text{C}$) au débit souhaité (mise en route de la pompe) ;
3. Stabilisation et acquisition des températures (~ 10 min) ;
4. Mesure de la différence de pression, si nécessaire (Suivre le Protocole : Mesure des Pertes de charge) ;
5. Répétition des opérations 1), 2) et 3) pour chaque débit de travail ;
6. Exploitation des données (débits, températures).

III.D.2. Précautions

1. La température du fluide procédé ne doit pas dépasser 50- 55°C à l'entrée de la pompe. C'est la valeur maximale de température de travail donnée par le constructeur (dilatation de la partie mobile, le rotor) ;
2. La lecture de la température doit être réalisée une fois que les thermocouples d'entrée et de sortie atteignent une valeur constante ;
3. Bien que l'étalonnage de la pompe soit réalisé avant chaque expérience, une vérification du débit du fluide procédé est souvent effectuée.

Sur la Table II- 8 nous exposons l'ensemble des conditions opératoires pour les expériences de caractérisations thermiques des mélangeurs statiques :

Géométrie	Fluide	T_{pE} (°C)	T_{uE} (°C)	Qv_p (L/h)	Qv_u (L/h)*
SMXL-E					
SMXL-B	Glycérol 98%	50	10, 15, 20	de 10 à 60	de 420 à 1500
Tube lisse					
SMXL-E					
SMXL-B	Carbopol 0,1%	50	10, 15, 20	de 10 à 50	de 420 à 1500
	Carbopol 0,2%				
Tube lisse					

Table II- 8: Conditions opératoires

Où : Qv_p / Qv_u est le débit volumique respectivement du fluide procédé et du fluide utilisé

T_{pE} est la température d'entrée du fluide procédé

T_{uE} est la température d'entrée du fluide utilisé

IV. Rhéométrie

IV.A. Présentation

La caractérisation rhéologique des fluides de travail (Glycérol et Carbopol) est effectuée à l'aide d'un rhéomètre AR-2000 (TA Instrument) fonctionnant à couple imposé.

La géométrie utilisée est cône/plan en acier, angle : 2 degré, diamètre 6cm.

La température du plan est contrôlée (+/- 0,1°C) à l'aide d'une cellule à effet Peltier.

IV.B. Procédure de mesure

IV.B.1. Glycérol

Le Glycérol est un fluide de comportement Newtonien, cependant sa viscosité est très sensible à la température. Ainsi nous devons établir une corrélation qui décrit cette thermodépendance avec la réalisation d'une rampe de température pour une contrainte de cisaillement constante (cf. [Figure II-14](#)).

Procédure « Temperature ramp » :

- Etape 1. Conditionnement : Mise en température de l'échantillon. Cette étape dure 2min et a pour objectif l'homogénéisation thermique de l'échantillon. Cette durée est suffisante pour que le petit volume d'échantillon atteigne la température de travail, T_{set} . ($T = 20^{\circ}\text{C}$ température de début de la rampe)
- Etape 2. « Temperature ramp step » : La gamme de température étudiée est de 20 à 60°C (ou 80°C pour le Glycérol utilisé dans le De Dietrich). La contrainte de cisaillement est de 100Pa et reste constante pendant toute la procédure. La durée de la rampe est 1h20 (0,5°C/min).

IV.B.2. Carbopol

Des mesures de l'évolution de la contrainte en fonction du taux de cisaillement sont effectuées pour une large gamme de température de 20°C à 80°C (cf. [Figure II- 16](#)).

Chaque courbe ainsi obtenue peut être représentée par le modèle de Herschel-Bulkley, qui correspond au mieux (voir aussi les études de Delaplace et al. (2001), Peixinho et al. (2008), Curran et al. (2002), Nouar et al. (1994)).

Ce modèle représente des fluides Non-Newtoniens au comportement indépendant du temps. Ces fluides nommés fluides plastiques de type Herschel-Bulkley possèdent une contrainte critique.

La viscosité apparente dans ce cas peut être exprimée :

$$\mu_a = \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}} + m \dot{\gamma}^{-(n-1)} \quad \text{II- 2}$$

A partir de chaque expérience à température constante (de la gamme de température et large gamme de $\dot{\gamma}$) nous déterminons les trois paramètres : τ_0 , m et n .

Dans tous les cas étudiés, la variation de n est aléatoire et non significative, ainsi une valeur moyenne est déterminée.

Nous présentons ci-dessous la procédure de mesure suivie pour toutes les analyses de Carbopol.

Procédure « Stepped Flow », Ecoulement échelonné :

- **Etape 1. Conditionnement :** Mise en température de l'échantillon. Cette étape dure 2min et a pour objectif l'homogénéisation thermique de l'échantillon. Cette durée est suffisante pour que le petit volume d'échantillon atteigne la température de travail, T_{set} .
- **Etape 2. Conditionnement :** Pré-cisaillement de l'échantillon à basse vitesse de cisaillement (à $0,1s^{-1}$) pour une durée de 2min. Cette étape est très importante pour l'homogénéisation « mécanique » du fluide avant toute mesure (des différences de viscosité dans l'ensemble de l'échantillon peuvent être présentes, provoquées au moment du chargement du fluide).
- **Etape 3. Stepped Flow :** Mesure de la contrainte en fonction d'une gamme donnée de taux de cisaillement (de 0 à $200s^{-1}$). Prise de valeur à chaque 20s.

A partir de chaque procédure à la température T , nous obtenons les trois paramètres de viscosités τ_0 , m et n . Ensuite nous présentons graphiquement l'influence de chacun des paramètres à la température. Ainsi nous essayons de corréler cette thermodépendance. Ces corrélations sont valables uniquement dans la gamme de cisaillement étudiée.

Précaution :

Au moment du chargement du fluide, il est important de vérifier s'il y a de l'air qui s'est introduit dans l'échantillon.

IV.C. Caractérisation des fluides utilisés

IV.C.1. Préparation

Trois fluides de travail ont été utilisés, Glycérol à 98% massique, Carbopol 940 à 0,1% et à 0,2% massique. Le Glycérol (Gaches Chimie) ne demande pas de préparation. La solution de Carbopol (à 0,1% ou à 0,2%) est préparée directement dans le réacteur RC1e ou dans la cuve agitée De Dietrich. Afin d'aider à la dissolution de la poudre, la solution est préparée avec de l'eau déminéralisée avec une agitation modérée (maintenue pendant 30 minutes pour le réacteur RC1e et pendant plus de 5h pour le réacteur De Dietrich).

Une fois la poudre dissoute, la solution doit être laissée au repos, afin de permettre le dégagement des bulles d'air, provoquées par le mobile d'agitation. La solution obtenue est acide avec un pH de

l'ordre de 3. Elle est ensuite neutralisée jusqu'à un $\text{pH} \sim 7$ avec une solution de NaOH. Le pH est contrôlé à l'aide d'une sonde pH* (Mettler Toledo).

Les résines Carbopol (fabriqués par société ACROS Organics) sont des polymères de l'acide acrylique se présentant sous la forme de poudre sèche et légère. Elles sont utilisées dans l'industrie pour maintenir en suspension des produits insolubles, épaissir, stabiliser des émulsions. En milieu aqueux, les résines Carbopol nécessitent une neutralisation (par la soude par ex.) pour épaissir le plus efficacement. Par exemple une solution neutralisée de Carbopol 940 à 0,1% en poids donne un gel ferme (D'après Caussanel-Laurent (1990)).

Les solutions de Carbopol ont déjà été utilisées par plusieurs auteurs (Delaplace et al. (2001), Peixinho et al. (2008), Curran et al. (2002), Nouar et al. (1994)). Leurs comportements rhéologiques (fluide visqueux et de nature Non-Newtonienne) et la non-toxicité sont les propriétés qui ont influencé notre choix.

IV.C.2. Importance du pH

Il est important de noter que la viscosité du Carbopol est très sensible à la valeur du pH. Sur la [Figure II- 13](#) nous observons un maximum de viscosité entre $\text{pH}=5$ et $\text{pH}=8$, mais à partir de $\text{pH}=8$ une baisse de la viscosité est observée et la solution se fluidifie à nouveau. Haase et McGinity rapportent qu'il vaut mieux se placer sur un intervalle de pH entre 5 et 8. Nous nous placerons à pH 7 pour obtenir une viscosité élevée.

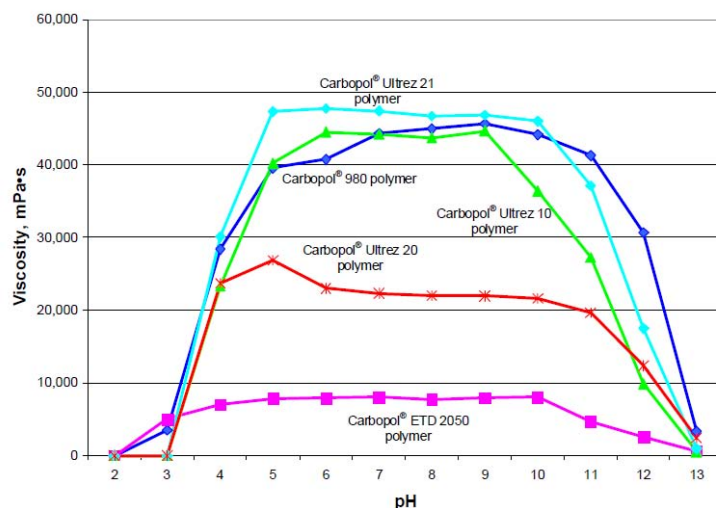


Figure II- 13 : Variation de la viscosité avec le pH pour plusieurs solutions de Carbopol à 0,5%. Mesure de la viscosité en rhéomètre Brookfield RVT, à 20rpm, $T=20^{\circ}\text{C}$ (d'après Lubrizol)

IV.C.3. Précautions

- Le Carbopol est sensible à la lumière, qui contribue à sa dégradation (d'après Haase et McGinity sa viscosité peut chuter brusquement). Ainsi il faut limiter au maximum son exposition à la lumière ;
- Le Glycérol est très hygroscopique, et en contact avec l'air, avec le temps la viscosité baisse. Sa valeur doit être surveillée régulièrement.

Remarques : Les propriétés rhéologiques des solutions de Carbopol et de Glycérol évoluent au cours du temps (dégradation chimique et mécanique). Aussi, un essai rhéologique de cisaillement simple est effectué après chaque étude expérimentale. Chaque résultat (dans le Chapitre expérimental) est donné avec les paramètres de viscosité de cisaillement correspondants.

IV.C.4. Caractéristiques

Comme déjà décrit dans la première partie de la partie Rhéométrie, la viscosité des solutions a été mesurée par rhéologie pour des températures variant de 20 à 60°C (pour les fluides utilisés dans le RC1e) et de 20 à 80°C (pour les fluides utilisés dans le De Dietrich). Le rhéomètre AR 2000 (TA Instruments) mesure la contrainte de cisaillement (Pa) en fonction de la vitesse de cisaillement pour une température fixée (de 20°C à 80°C). La rampe de vitesse appliquée varie de 0,1 à 1000 s⁻¹.

IV.C.4.a) Glycérol

Afin de déterminer la thermodépendance de la viscosité du Glycérol nous avons réalisé une rampe de température pour une contrainte de cisaillement constante (cf. [Figure II- 14](#)). La procédure de caractérisation rhéologique est déjà décrite dans la partie IV.B.1 du même chapitre.

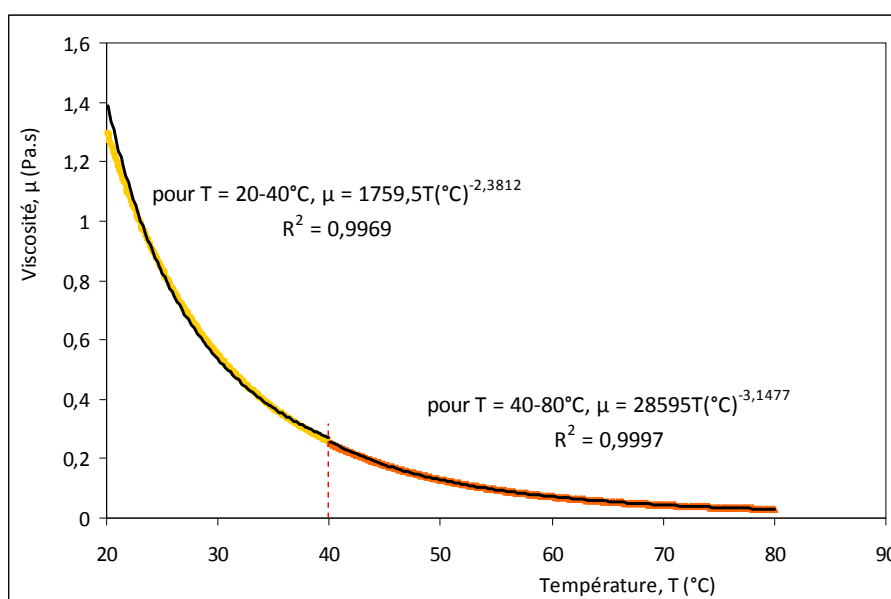


Figure II- 14 : Présentation de la viscosité en fonction de la température pour le Glycérol 98%

Sur la [Figure II- 14](#) nous constatons l'importante diminution de la viscosité du Glycérol avec la température. La totalité des corrélations des résultats rhéologiques est présentée dans la [Table II- 10](#).

IV.C.4.b) Carbopol

Des mesures de l'évolution de la contrainte en fonction du taux de cisaillement sont effectuées pour une large gamme de température de 20°C à 80°C. Nous présentons sur la [Figure II- 16](#) un exemple de cette analyse, dans le cas du Carbopol 0,1% utilisé dans le réacteur De Dietrich. L'étude est réalisée pour une température entre 20 et 80°C et une vitesse de cisaillement de 0,1 à 200s⁻¹. Les données, correspondantes à chaque température étudiée, sont récapitulées dans la [Table II- 9](#).

T (°C)	τ_0 (Pa)	m (Pa.s ⁿ)	n
20	5,239	5,292	0,3416
30	5,586	4,808	0,3357
40	7,872	2,996	0,4682
50	10,19	2,845	0,4675
60	12,03	2,584	0,473
70	13,01	2,311	0,4069
80	14,149	2,102	0,4298
			Moyenne 0,47

Table II- 9 : Caractéristiques rhéologiques du Carbopol 0,1%, cas du modèle rhéologique Herschel-Bulkley

Ensuite nous pouvons présenter graphiquement l'influence de chacun des paramètres de la température (cf. [Figure II- 15](#)) afin de corrélérer cette thermodépendence. Ces corrélations sont valables uniquement dans la gamme de cisaillement étudiée.

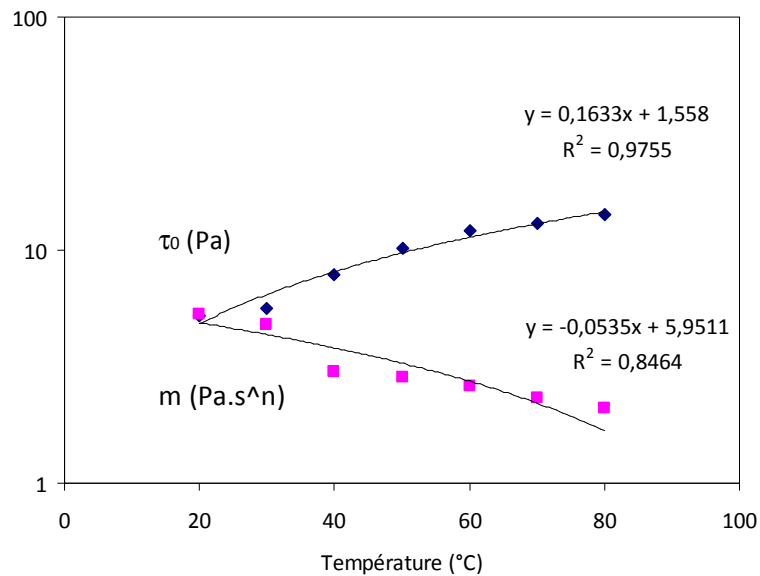


Figure II- 15 : Influence de la température sur la consistance et la contrainte seuil pour le Carbopol 0,1% dans la gamme de $20 < T < 80^\circ\text{C}$

Nous constatons que les deux paramètres, la consistance, m et la contrainte seuil τ_0 , sont dépendant de la température. Les corrélations exprimant cette thermodépendance sont les suivantes :

$$\tau_0 = 0,1633T(^{\circ}\text{C}) + 1,558$$

$$m = -0,0535T(^{\circ}\text{C}) + 5,9511$$

$$n = 0,4175 \text{ (une valeur moyenne)}$$

Ces corrélations sont valables pour une gamme de température : $20 \leq T \leq 80^\circ\text{C}$ et une vitesse de cisaillement : $0,1 \leq \dot{\gamma} \leq 200 \text{ s}^{-1}$

Une moyenne de toutes les valeurs de l'indice de structure, n , est prise en compte dans la détermination de Reynolds.

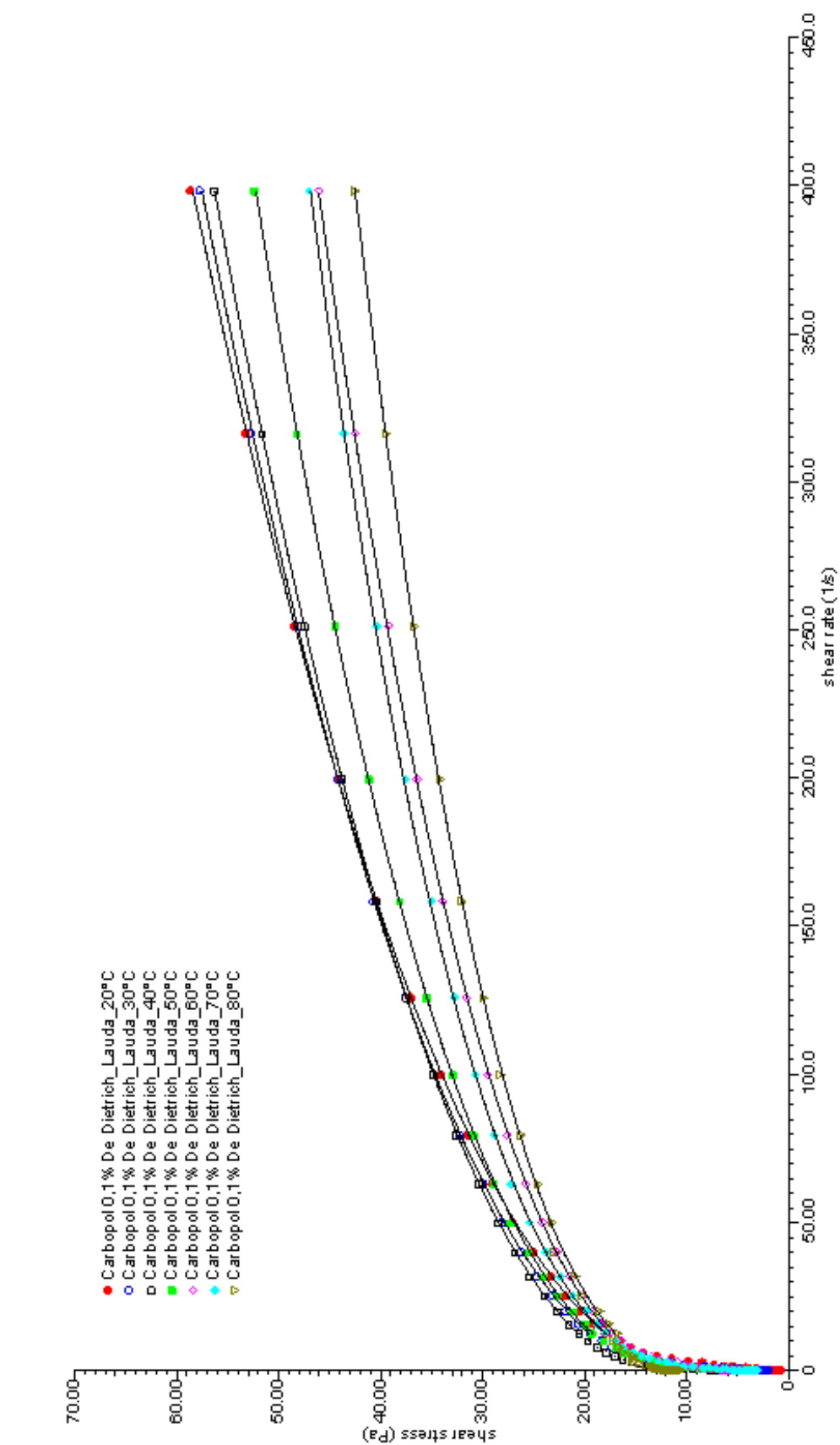


Figure II- 16 : Contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement pour le Carbopol 0,1%,

$$0,1 \leq \dot{\gamma} \leq 400 \text{ s}^{-1} \text{ et } 20 \leq T(^{\circ}\text{C}) \leq 80$$

Sur les tables : Table II- 10 et la Table II- 11, nous récapitulons les résultats des analyses rhéologiques et les propriétés physico-chimiques des fluides utilisés.

Réacteur	Fluide	Viscosité et paramètres de viscosité, μ ou μ_a (Pa.s)	Gamme de Température (°C)
RC1e	Glycérol ¹	$\mu = 4673.T(^{\circ}C)^{-2,707} \text{ Pa.s}$	20-60
	Carbopol 0,1%	$n = 0,4 ; 0,1 \leq \dot{\gamma} \leq 400 \text{ s}^{-1} ;$ $\tau_0 = -0,073.T(^{\circ}C) + 17,95 \text{ Pa}$ $m = -0,03.T(^{\circ}C) + 6,37 \text{ Pa.s}^n$	20-50
De Dietrich Et SMXL	Glycérol	$\mu = 1759.T(^{\circ}C)^{-2,381} \text{ Pa.s}$	20-40
		$\mu = 28595.T(^{\circ}C)^{-3,148} \text{ Pa.s}$	40-80
De Dietrich	Carbopol 0,1%	Les valeurs des paramètres de viscosité sont précisées dans chaque étude de refroidissement dans le Chapitre Expérimental	
SMXL	Carbopol 0,1%	$\mu_a = \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}} + m\dot{\gamma}^{-(n-1)}$ pour $0,1 \leq \dot{\gamma} \leq 1000 \text{ s}^{-1}$	20-60
		$\tau_0 = 0,037.T(^{\circ}C) + 15,424 \text{ Pa}$	
		$m = -0,0302.T(^{\circ}C) + 5,195 \text{ Pa.s}^n$ $n=0,44$	
SMXL	Carbopol 0,2%	$\mu_a = \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}} + m\dot{\gamma}^{-(n-1)}$ pour $0,1 \leq \dot{\gamma} \leq 1000 \text{ s}^{-1}$	20-60
		$\tau_0 = 0,042.T(^{\circ}C) + 41,478 \text{ Pa}$	
		$m = -0,109.T(^{\circ}C) + 16,766 \text{ Pa.s}^n$ $n=0,40$	

Table II- 10 : Propriétés rhéologiques des fluides utilisés et leur thermodépendance

Chaque nouvelle solution de Carbopol a été analysée.

Fluide	Plage de température (°C)	Capacité calorifique (J/kg.K)	Conductivité thermique (W/m.K)	Masse volumique (Kg/m ³)
Glycérol	20-80	2200 -2310	0,292	1236-1210
Carbopol ²	20-80	4360 -4400	0,730-0,740	998-990

Table II- 11 : Propriétés physico-chimiques des fluides utilisés (Semmar et al. (2003))

¹ Le Glycérol utilisé pour les études dans le réacteur RC1e n'est pas du même « lot » que celui utilisé dans le réacteur De Dietrich et les mélangeurs statiques

² La masse volumique, la conductibilité thermique et la capacité calorifique des solutions de polymères (dans le cas du Carbopol) sont supposées celles pour l'eau, compte tenu des faibles concentrations utilisés.

Il est important de noter la pratique habituelle de considérer que les propriétés thermo-physiques du fluide (Carbopol) sont celles du solvant (l'eau dans notre cas), puisque la concentration de polymères dans la solution aqueuse est très faible (Peixinho J. et al. (2008)). Pour les fluides non-Newtoniens, ceci peut être soutenu par les études de Lee et al. (1981) et Loulou et al. (1992), qui ont mesuré les propriétés thermo-physiques de fluides Non-Newtoniens et ont déterminé ensuite une erreur maximale sur le coefficient de chaleur d'environ 2 %. Ceci reste dans les limites acceptables dans notre étude.

CHAPITRE III

REFROIDISSEMENT DE FLUIDES COMPLEXES EN CUVE AGITEE.

ETUDES A ECHELLE LABORATOIRE



Dans cette partie de l'étude expérimentale, nous présentons des essais préliminaires en cuve agitée à échelle laboratoire. Le RC1e est équipé d'un mobile d'agitation ancre et d'un système thermostaté sophistiqué : système de chauffage et de refroidissement, contrôle précis de la température grâce à un temps de réponse rapide du thermostat (présenté dans le chapitre II Matériel et méthode). Le système est équipé de deux sondes de mesure de température : T_r (température du fluide dans le réacteur) et T_{je} (température du fluide utilisé à l'entrée de la double enveloppe) (voir (Figure III- 1)).

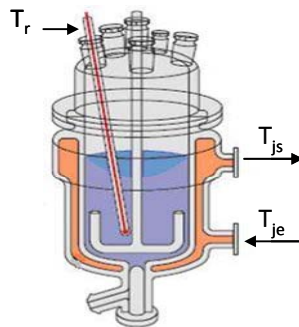


Figure III- 1 : Schéma du montage du réacteur RC1e

Dans cette partie, nous étudions l'influence de la vitesse d'agitation ainsi que l'influence du comportement rhéologique sur le refroidissement du fluide à petite échelle inférieure à 1L.

I. Paramètres de fonctionnement et caractérisation du système

Il est nécessaire de caractériser les performances hydrauliques du RC1e et de présenter la méthodologie utilisée pour le calcul de la quantité d'énergie dissipée par l'agitateur et le nombre de Reynolds.

I.A. Vitesse périphérique

Afin de caractériser le système agité, il est indispensable de connaître la valeur de la vitesse périphérique de l'ancre, v (m/s), pour chaque vitesse d'agitation utilisée. Elle est déterminée via la relation suivante :

$$v = \pi.N.D \quad \text{III- 1}$$

Où : v - vitesse périphérique de l'agitateur (m/s)

D - diamètre de l'agitateur (m) ($D=0,075\text{m}$)

N - vitesse d'agitation (tr/s)

Ainsi pour les vitesses d'agitation de $30\text{rpm} \leq N \leq 300\text{rpm}$ la gamme de la vitesse périphérique est de :

$$0,1\text{m.s}^{-1} \leq v \leq 1,4\text{m.s}^{-1}.$$

Pour un mobile de type tangentiel, comme dans notre cas, l'ancre, la vitesse périphérique conseillée (cf. Xuereb (2006)) est de l'ordre de :

$$1m.s^{-1} < \pi.D.N < 1,5m.s^{-1}$$

III- 2

A partir d'une vitesse d'agitation de 200rpm nous sommes dans des bonnes conditions de fonctionnement. Si on est dans la gamme de vitesse périphérique « conseillée », l'agitation est très efficace et les conditions pour le transfert thermique sont parfaites. Afin de voir l'influence de l'agitation et afin de nous placer dans les limites du système (données par Xuereb (2006)), nous nous plaçons au dessous de cette valeur ($v < 1m.s^{-1}$).

I.B. Constante de Metzner et Otto, K_{MO} et régime d'écoulement

La constante de proportionnalité K_{MO} est couramment appelée constante de Metzner et Otto (1957) (voir Chapitre I, Etude Bibliographique). En l'absence de couplemètre, nous nous basons sur les données de la littérature. Mais il est très difficile de choisir parmi les corrélations existantes dans la littérature puisqu'il y a des ancrs aux configurations géométriques très différentes. Ainsi pour réduire les erreurs de calcul, nous avons utilisé la relation établie avec un système agité le plus proche du notre.

Géométrie du système	Corrélation pour K_{MO}	Références
$1,05 \leq T/D \leq 1,25;$	$K_{MO} = \exp \left(\frac{7,6}{\frac{T}{D}} - 3,3 \right)$	Sawinsky et al. (1976)
$0,1 < w/D < 0,13;$		Deak et al. (1985)

Table III- 1 : Corrélations de la littérature pour le calcul de la constante K_{MO}

Avec les paramètres : $T=0,082m$, $D=0,075m$ et $w=0,01m$ (présentés dans la partie Matériel et méthode). Dans la corrélation utilisée (donnée par Sawinsky et al. (1976) et Deak et al. (1985) (voir [Table III- 1](#))), la constante K_{MO} dépend seulement de la géométrie du système (en nous basant des recherches de Tanguy et al. (1996) qui ont montré que K_{MO} varie peu avec l'indice de comportement, n). Ainsi la valeur de K_{MO} est estimée à 39.

La viscosité apparente μ_a pour un fluide Non-Newtonien est :

$$\mu_a = \frac{\tau_c}{\dot{\gamma}} + m.\dot{\gamma}^{n-1}$$

III- 3

où $\bar{\gamma}$ est la valeur moyenne de la vitesse de cisaillement dans la cuve. Sa valeur est directement fonction de la vitesse d'agitation, N et de la géométrie de l'ensemble cuve/agitateur (La constante de proportionnalité, K_{MO}) :

$$\bar{\gamma} = K_{MO} \cdot N \quad \text{III- 4}$$

Ainsi nous avons :

$$\bar{\gamma} = 39 \cdot N \quad \text{III- 5}$$

Ensuite le nombre de Reynolds est calculé en prenant en compte les variations des propriétés physico-chimiques du fluide avec la température. Le nombre de Reynolds et le nombre de Reynolds apparent sont déterminés ainsi :

$$Re = \frac{\rho \cdot D^2 N}{\mu} ; \quad Re_a = \frac{\rho \cdot D^2 N}{\mu_a} \quad \text{III- 6, III- 7,}$$

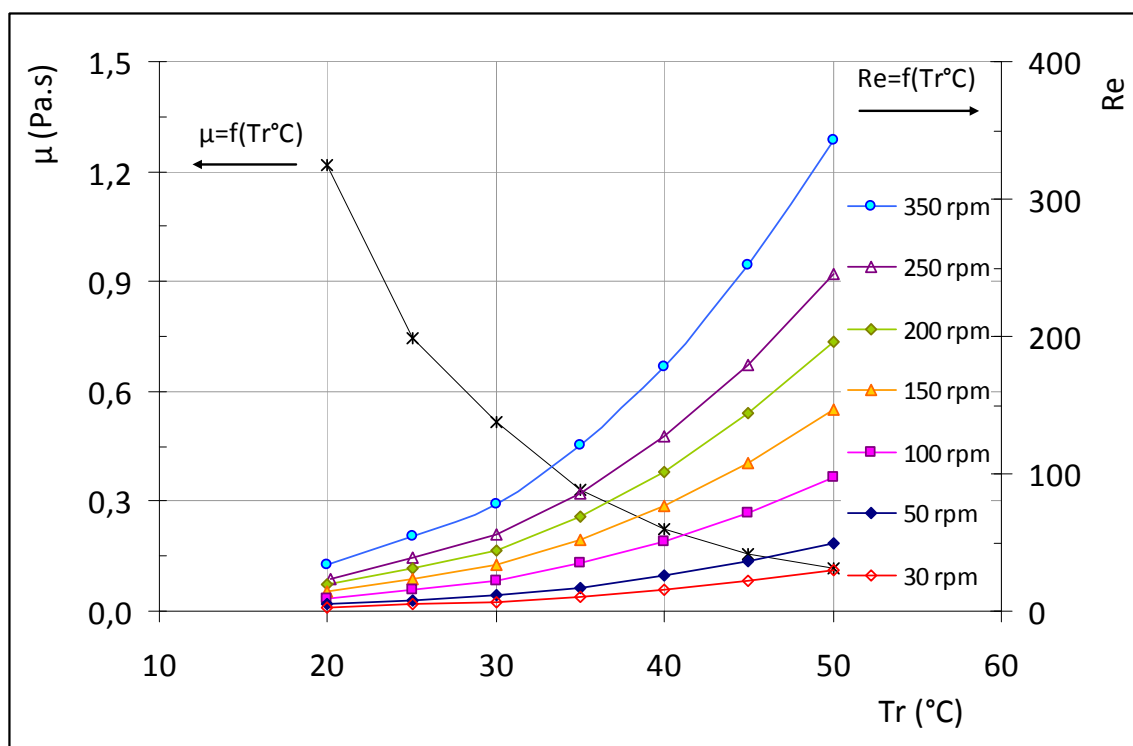


Figure III- 2 : Evolution du nombre de Reynolds au cours du refroidissement pour les différentes vitesses d'agitation pour le Glycérol

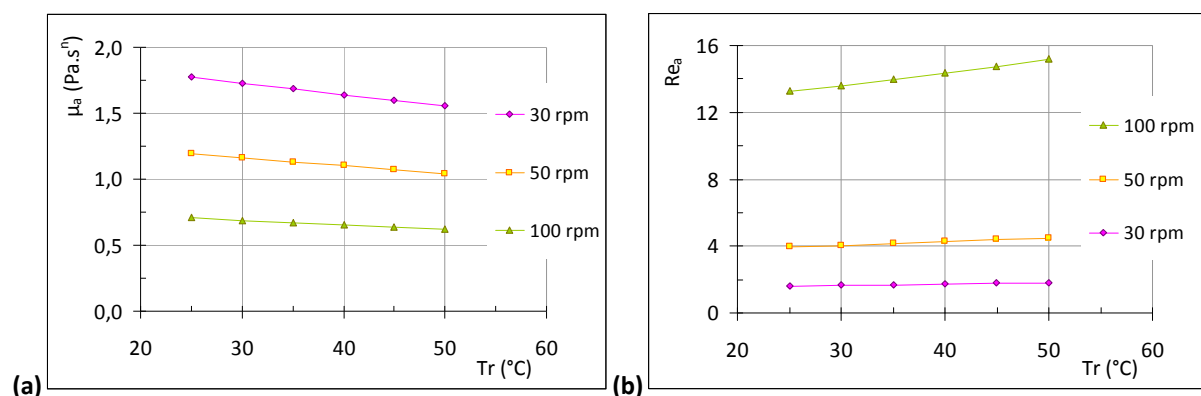


Figure III- 3 : Evolution de la viscosité apparente (a) et du nombre de Reynolds apparent (b) au cours du refroidissement pour les différentes vitesses d'agitation pour le Carbopol 0,1%

Les valeurs du nombre de Reynolds, présentées sur la [Figure III- 2](#) et la [Figure III- 3](#) montrent que les régimes d'écoulement sont le régime laminaire et le régime transitoire. Suite à la forte dépendance de la viscosité de la température, dans le cas du Glycérol ([Figure III- 2](#)), le nombre de Reynolds atteint des valeurs significativement plus importantes que dans le cas du Carbopol ([Figure III- 3](#)) (pour une vitesse d'agitation de $N = 100\text{rpm}$: $\mu_{\text{Glycérol}} = 100\text{Pa.s}$ et $\mu_{\text{a Carbopol}} = 15\text{Pa.s}^n$). L'effet de l'agitation et du régime d'écoulement, sur le refroidissement est étudié dans la deuxième partie de ce chapitre.

I.C. Puissance et énergie dissipée

La puissance (P) dissipée par l'agitateur est donnée par :

$$P = N_p \cdot \rho \cdot N^3 \cdot D^5 \quad \text{III- 8}$$

Pour déterminer la valeur de nombre de puissance N_p , nous nous sommes basés sur des données disponibles dans la littérature (pour $Re \leq 50$, $N_p = 112,27Re^{-0,904}$, et pour $Re \geq 50$, les valeurs correspondantes de N_p sont prises sur les courbes de puissance (Roustan M., (1997) voir [ANNEXE C](#)). L'énergie consommée (E (W.h)) est calculée ensuite :

$$E = \int P(t).dt \quad \text{III- 9}$$

I.D. Coefficient global de transfert thermique

Pour le calcul du coefficient d'échange global U , nous devons faire plusieurs hypothèses. Nous considérons la température de la double enveloppe T_j constante au cours du temps et les pertes thermiques sont négligées.

Il est calculé à partir de l'équation du bilan thermique dans la cuve agitée (cf. Kern (1965)) :

$$U = \frac{M.C_p}{A.t} \ln \frac{T_r - T_j}{T_{r_f} - T_j} \quad \text{III- 10}$$

I.E. Mise en évidence de la dissipation visqueuse

La puissance d'agitation est dissipée au sein du fluide en fonction de l'écoulement. La chaleur générée par le frottement visqueux est suffisante pour causer une hausse de la température. Cette hausse reste tout de même faible, de l'ordre de 0,5-1°C.

A cette taille la dissipation visqueuse n'est pas prioritaire, donc ce qui compte sur notre étude sera l'écoulement et l'influence de la vitesse d'agitation sur l'efficacité d'échange. Le fluide visqueux émet une résistance à l'agitation qui augmente avec la viscosité du fluide (cf. Bertrand (1983)). L'ancre doit donc consommer plus de puissance pour continuer à maintenir l'agitation constante.

L'expérience est réalisée en maintenant fixe la température dans le réacteur, $T_r = 20^\circ\text{C}$ (Mode Tr). Nous avons travaillé à des vitesses d'agitation élevées (de 250rpm à 350rpm), variées par paliers de 30 min afin que le système ait le temps d'atteindre un régime permanent.

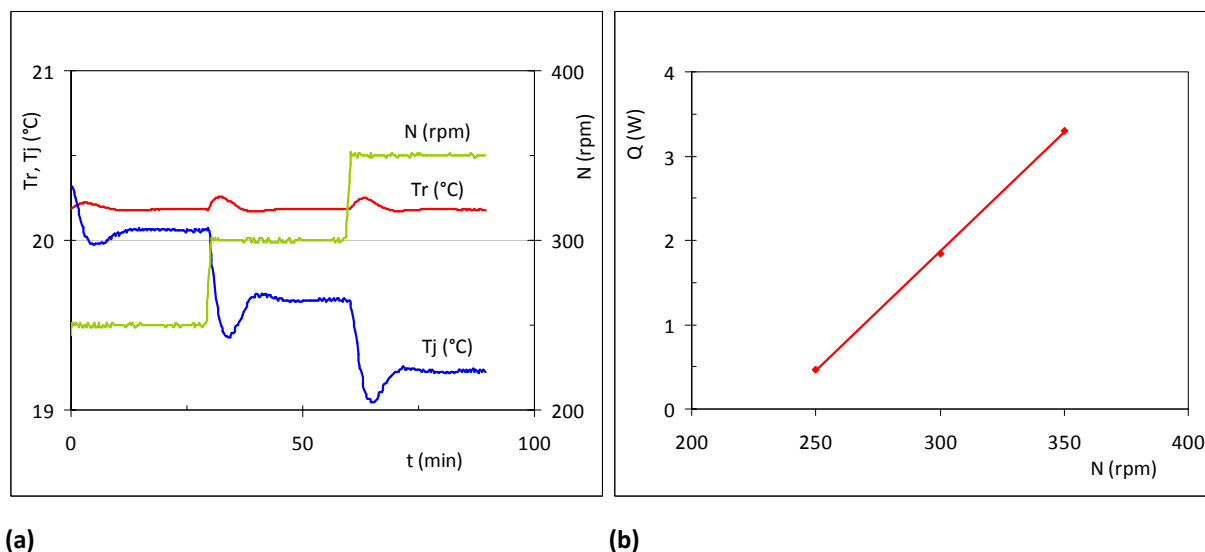


Figure III- 4 : Influence de la vitesse d'agitation sur la régulation de la température de la double enveloppe T_j
(a), chaleur dissipée par l'agitation (b)

A partir du profil de la température T_j en fonction des différentes vitesses d'agitation, nous pouvons calculer une certaine quantité de chaleur dissipée (Figure III- 4 (b)) à partir de l'équation :

$$Q_{flow} = U.A.(T_r - T_j)$$

III- 11

Le terme $U.A$ (le coefficient de proportionnalité) nous a été fourni par la calibration calorimétrique du programme Quickcal du réacteur (cf. : Chapitre II, Matériel et méthode). $U.A=3,4W/K$.

L'élévation de la température correspondante peut être également estimée par un bilan thermique adiabatique. Celle-ci reste inférieure à $1^\circ C/min$ jusqu'à 800rpm (pour Glycérol à $21^\circ C$) (Figure III- 5).

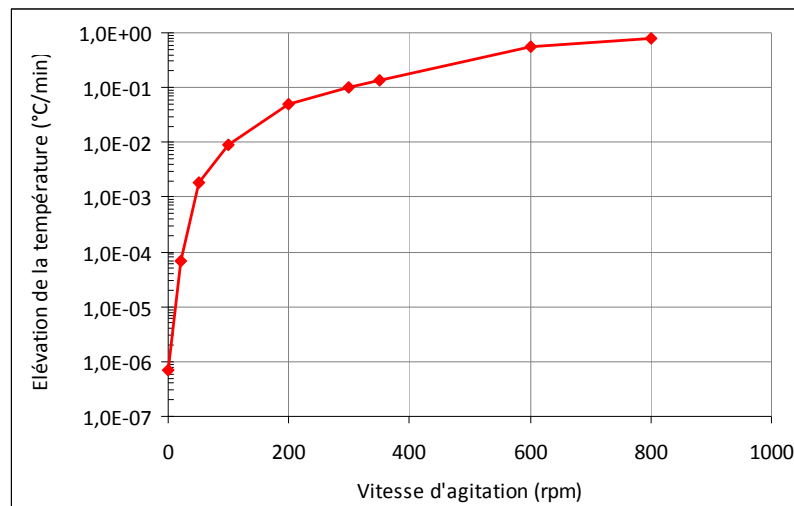


Figure III- 5 : Estimation de l'élévation de la température suite en fonction de la vitesse d'agitation pour le Glycérol à $21^\circ C$ et $\mu=1,25Pa.s$

Nous présentons la Figure III- 6 afin de comparer la chaleur transférée et la puissance dissipée, ce en fonction de la vitesse d'agitation. D'après Zlokarnik (2005), une vitesse d'agitation, nommée optimale, peut être définie avec la valeur maximale de la différence de la quantité de chaleur échangée à travers la paroi et la puissance dissipée par l'agitateur, $R=Q-P$ (voir Chapitre I, Etude bibliographique).

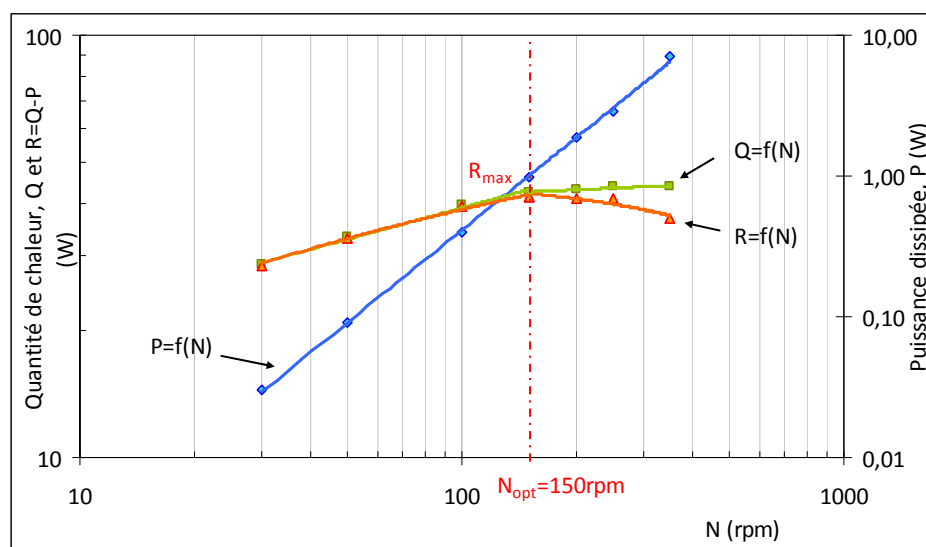


Figure III- 6 : Représentation graphique de la relation entre la quantité de chaleur Q , la puissance dissipée P , $R=Q-P$ et la vitesse d'agitation N

La vitesse d'agitation pour le système RC1e qui correspond à R_{\max} et aux conditions optimales est de 150rpm. Au-dessus de cette valeur, nous observons une augmentation très faible de l'échange thermique pour une importante augmentation de la consommation en puissance. Nous notons tout de même que la quantité de chaleur est toujours plus importante par rapport à la puissance consommée.

Cependant nous constatons qu'à petite échelle, la dissipation visqueuse est négligeable par rapport à l'échange de chaleur à travers la paroi (qui est favorisé dans le système RC1e). Dans notre étude, seuls les écoulements générés par le système d'agitation seront importants. A ce titre nous attachons un intérêt tout particulier à l'influence de la vitesse d'agitation sur la dynamique de refroidissement.

II. Refroidissement à vitesse d'agitation constante

Cette série d'expériences a été réalisée avec l'objectif de montrer l'influence de la vitesse d'agitation sur la dynamique de refroidissement, et les limites de cette influence. Cela nous permettra en premier lieu de définir une vitesse d'agitation maximale et ensuite de définir les conditions opératoires pour les pilotages (cf. Chapitre II, Matériel et méthode), notamment le choix de la vitesse d'agitation. Nous avons observé l'effet du changement du ratio H/D sur le refroidissement ainsi que le comportement du système selon la nature du fluide.

La température de la double enveloppe est maintenue constante, $T_j = 20^\circ\text{C}$.

II.A. Fluide Newtonien

Sur la [Figure III- 7](#) nous présentons les courbes de l'évolution de la température du Glycérol dans le réacteur avec le temps, pour différentes vitesses d'agitation ($30 \leq N \leq 350\text{rpm}$).

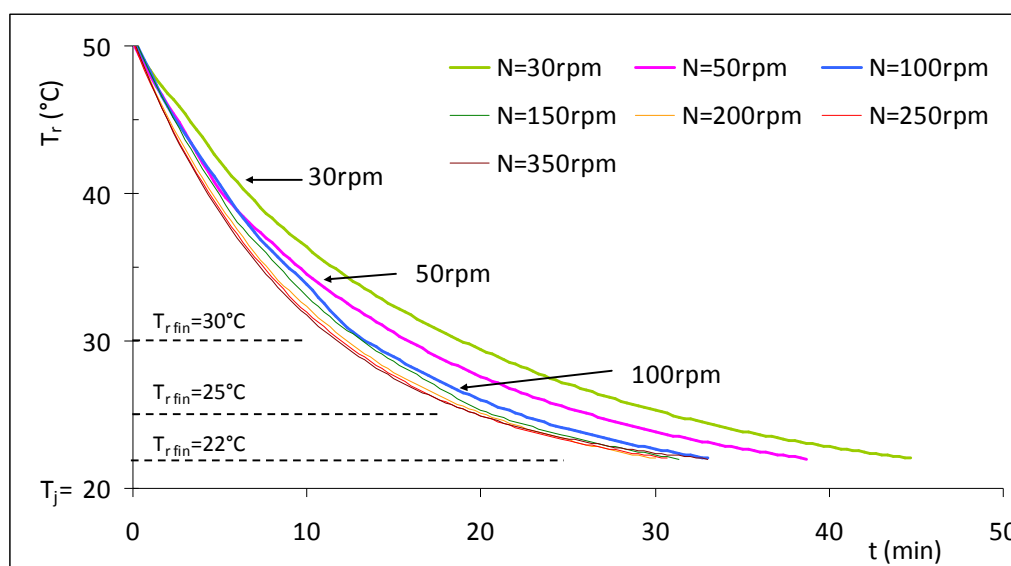


Figure III- 7 : Profils de température, T_r , pour le refroidissement du Glycérol à différentes vitesses d'agitation, $V=0,6\text{L}$ ($H/T=1,6$), $30 \leq N \leq 350\text{rpm}$

Les profils de température sur la [Figure III- 7](#) montrent que la diminution de la température est d'autant plus lente que les vitesses d'agitation sont faibles. Pour des vitesses d'agitation supérieures à 100rpm l'allure des courbes $T_r=f(t)$ est quasiment la même et les profils de température se superposent. Ainsi, nous supposons que le système n'est plus limité du côté fluide procédé et que les transferts aux parois sont limitants.

II.B. Température finale de refroidissement ($T_{r \text{ fin}}$)

Dans la majorité des cas, pour le choix de la température finale de refroidissement il faut tenir compte de la dépendance de la viscosité du fluide avec la température : le fluide doit être « manipulable » pour procéder au conditionnement. Cela peut aller d'une température ambiante jusqu'à une température de 30-35°C.

Avec une température de la double enveloppe maintenue à $T_j=20^\circ\text{C}$ et une température finale $T_{r \text{ fin}}=22^\circ\text{C}$ nous observons ([Figure III- 7](#)) un comportement asymptotique du profil de la température, T_r , ce qui conduit à une grande différence de durée de refroidissement entre une $T_{r \text{ fin}}=22^\circ\text{C}$, $T_{r \text{ fin}}=25^\circ\text{C}$ et celle de $T_{r \text{ fin}}=30^\circ\text{C}$ (voir la [Figure III- 7](#)).

Nous avons réalisé une étude comparative en terme d'énergie et de durée de refroidissement entre les températures finales de $T_{rfin} = 22, 25$ ou 30°C . L'énergie consommée est calculée à partir de l'équation III-8.

Nous présentons les résultats dans le tableau récapitulatif (Table III- 2) :

$T_{rfin} (^{\circ}\text{C})$	22		25		30	
N (rpm)	t (min)	E (W.h)	t (min)	E (W.h)	t (min)	E (W.h)
30	45	0,014	31	0,007	19	0,004
50	39	0,035	26	0,017	16	0,009
100	33	0,134	22	0,063	13	0,033
150	31	0,297	21	0,125	13	0,064
200	30	0,659	20	0,223	12	0,124
250	31	1,565	20	0,358	12	0,178
350	33	3,976	20	0,995	12	0,465

Table III- 2 : Tableau récapitulatif, fluide Glycérol, $V=0,6\text{L}$, $T_j=20^{\circ}\text{C}$

Les données du tableau sont présentées graphiquement sur la Figure III- 8.

Nous pouvons constater l'importante différence de durée de refroidissement et de l'énergie consommée selon la valeur de la température finale.

Plus l'écart entre la température finale de refroidissement et la température de la double enveloppe est faible, plus l'énergie consommée durant l'expérience est importante.

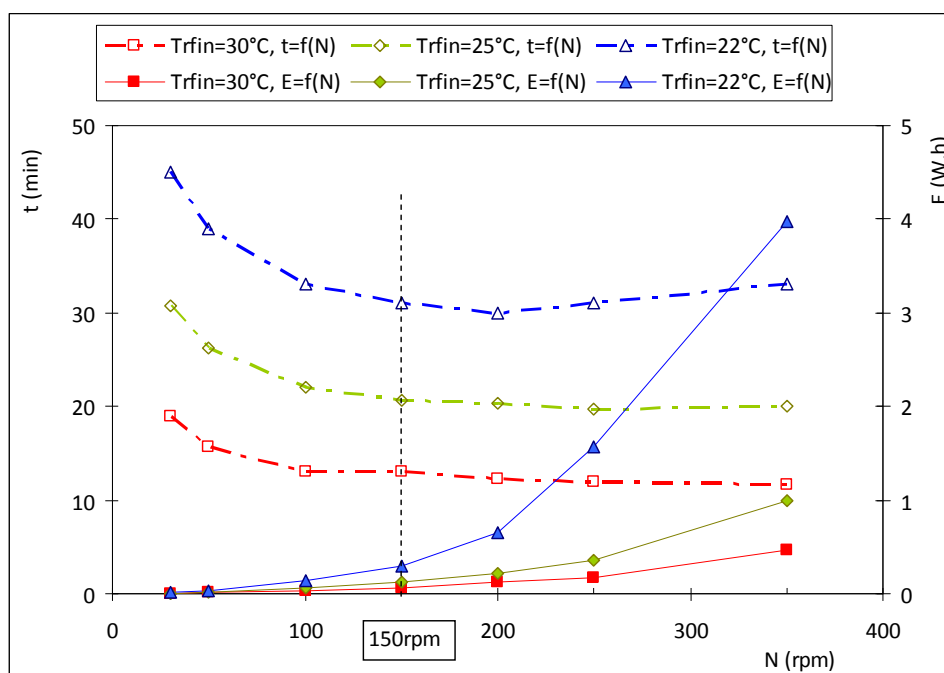


Figure III- 8 : Représentation de l'énergie consommée et de la durée du refroidissement en fonction de la vitesse d'agitation, Glycérol, $V=0,6\text{L}$, $\Delta T=20, 25$ et 28°C

Globalement la durée de refroidissement diminue avec la vitesse d'agitation. Cependant une vitesse d'agitation $N > 150 \text{ rpm}$ n'a quasiment plus d'influence sur la durée de refroidissement alors qu'une augmentation importante de la consommation d'énergie est observée. Notons que pour $T_{r \text{ fin}} = 22^{\circ}\text{C}$, la durée de refroidissement augmente avec la vitesse d'agitation, suite à l'importante quantité de chaleur dissipée par le mobile d'agitation.

Sur les trois profils d'énergie et de durée de refroidissement en fonction de la vitesse d'agitation (Figure III- 8) il peut être observé que la valeur limite de la vitesse d'agitation a été atteinte aux alentours de 150 rpm. Au-delà de cette valeur, l'augmentation de la vitesse d'agitation n'a plus d'influence sur la durée de refroidissement mais le coût énergétique est sensiblement plus important.

II.C. Fluide Non Newtonien

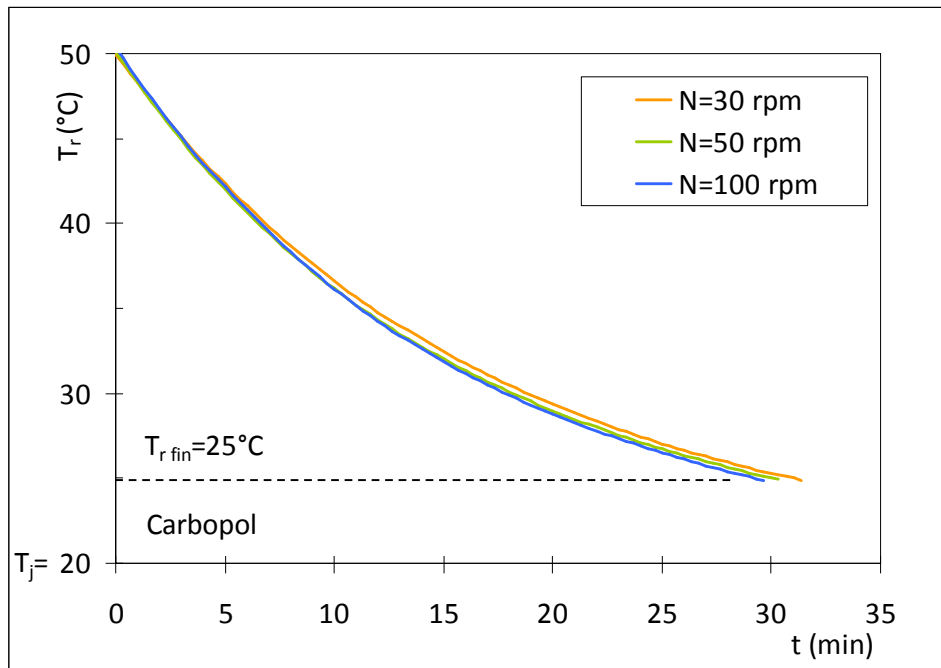


Figure III- 9 : Profils de température, T_r pour le refroidissement du Carbopol à différentes vitesses d'agitation
 $V=0,6L$ ($H/T=1,6$), $30 \leq N \leq 100\text{rpm}$

Dans le cas du Carbopol la gamme de vitesse d'agitation utilisée n'a pas d'influence sur le refroidissement et les profils de la température T_r pour $N=30$, 50 et 100rpm sont superposables.

III. Influence du ratio H/D sur le refroidissement

Dans cette partie nous présentons des résultats de refroidissement, pour différentes vitesses d'agitation constantes au cours du temps, afin d'observer l'influence du ratio H/T (hauteur du fluide sur le diamètre de cuve) (cf. Figure III- 10).

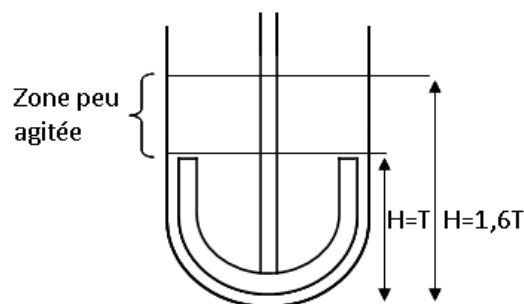


Figure III- 10 : Présentation schématique des deux hauteurs de fluide : $H=T$ et $H=1,6T$

Les vitesses d'agitation utilisées sont de 30, 50 et 100 rpm.

Nous présentons sur la [Figure III- 11](#) et la [Figure III- 12](#), le refroidissement du Glycérol et du Carbopol respectivement pour les deux volumes de travail $V=0,6L$ ($H/T=1,6$) et $V=0,36L$ ($H=T$).

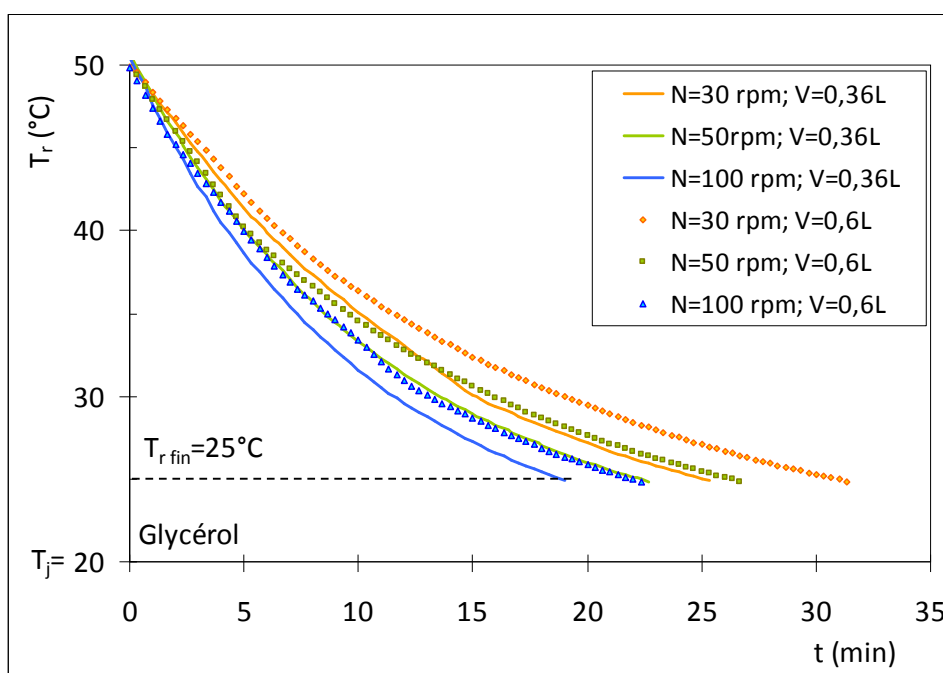


Figure III- 11 : Profils de refroidissement avec le Glycérol

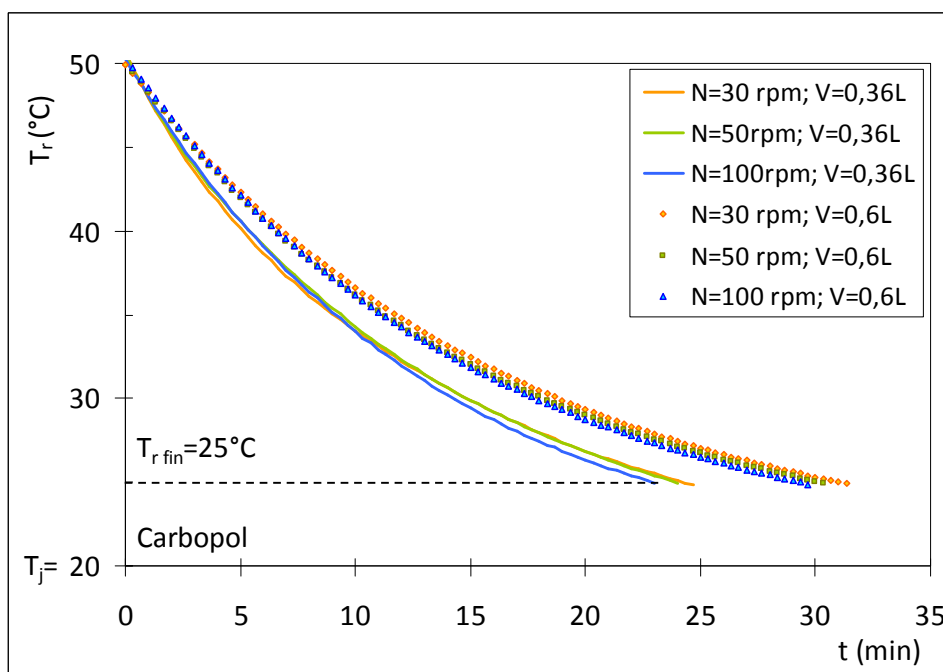


Figure III- 12 : Profils de refroidissement avec le Carbopol

Pour les deux fluides, le refroidissement est plus rapide pour le petit volume (à $H=T$), ce qui paraît évident puisque d'une part à plus petite hauteur du liquide l'ensemble du fluide est mieux agité (voir

le schéma de [Figure III- 10](#)) donc nous avons une meilleure homogénéité thermique et, d'autre part, le rapport surface d'échange et volume (A/V) est plus grand.

Nous n'observons pas d'effet du changement de volume sur le comportement des fluides vis-à-vis la vitesse d'agitation (ce même comportement est déjà commenté dans le paragraphe II).

IV. Dynamique du refroidissement selon la nature du fluide

Afin de comparer le caractère Newtonien et Non-Newtonien des fluides utilisés nous présentons les profils de refroidissement du Glycérol et du Carbopol pour les deux volumes sur la [Figure III- 13](#) et la [Figure III- 14](#).

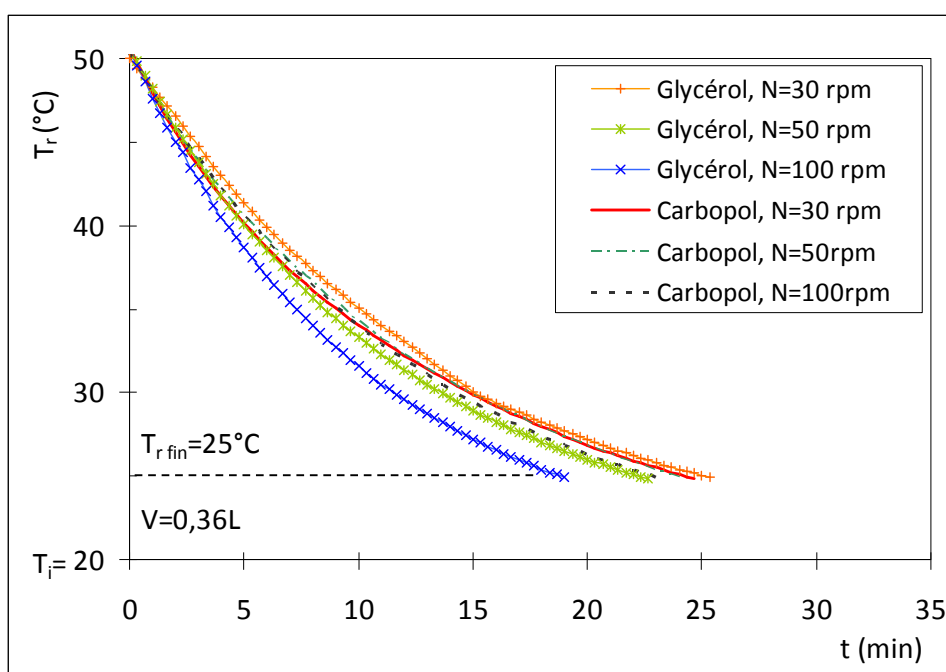


Figure III- 13 : Profils de refroidissement à $V = 0,36L$

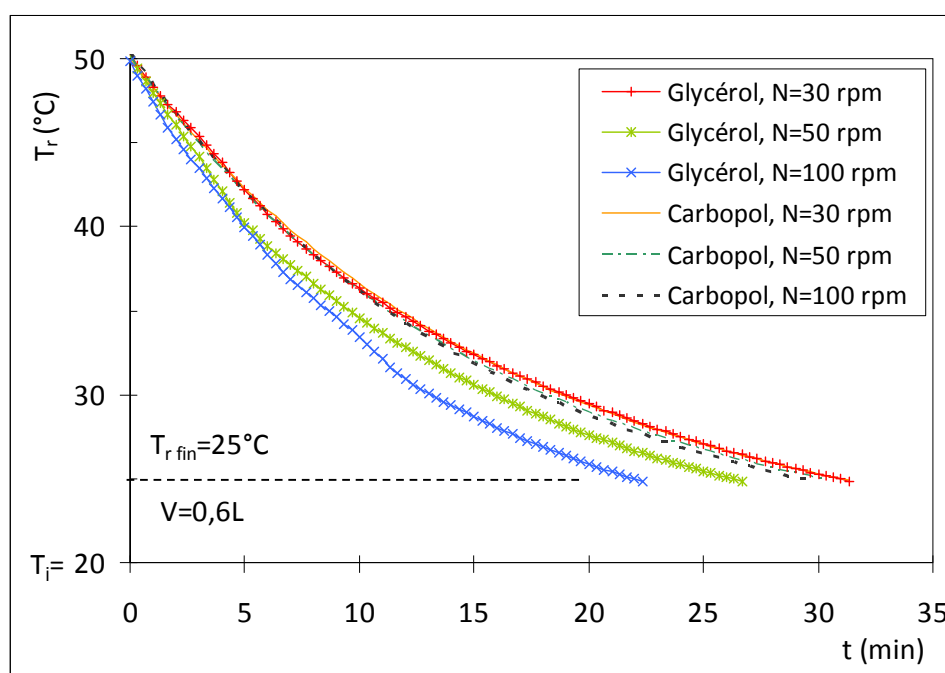


Figure III- 14 : Profils de refroidissement à V=0,6L

Pour $V=0,36L$ (Figure III- 13) à $N=30rpm$ la durée de refroidissement du Carbopol (24min) est quasiment identique à celle du Glycérol (25min). En augmentant la vitesse d'agitation, le refroidissement du Glycérol devient plus rapide (respectivement 22min et 19min pour $N = 50$ et $100rpm$). Tandis que la durée de refroidissement du Carbopol reste approximativement constante, pour les trois vitesses d'agitation. A $V=0,6L$ (Figure III- 14), nous observons la même durée de refroidissement pour les deux fluides (31min). En augmentant la vitesse d'agitation, nous obtenons les mêmes tendances comme à $V=0,36L$ et donc à $N=100rpm$ le Glycérol est refroidi en 22min en comparaison des 29min nécessaires pour le refroidissement du Carbopol. Ainsi pour les deux volumes, nous pouvons conclure que la durée de refroidissement du Carbopol est peu influencée par la vitesse d'agitation (Figure III- 15) ce qui est dû à sa viscosité importante, donc au régime d'écoulement purement laminaire. ($Re_a \leq 15$) (voir la Figure III- 3). Cela influence directement l'efficacité au niveau du mélange hydrodynamique et de la capacité de transfert thermique. Dans le cas du Glycérol, la gamme de nombre de Reynolds est de $5 \leq Re \leq 98$, (voir la Figure III- 2) donc le mélange est facilité et l'échange thermique est favorisé.

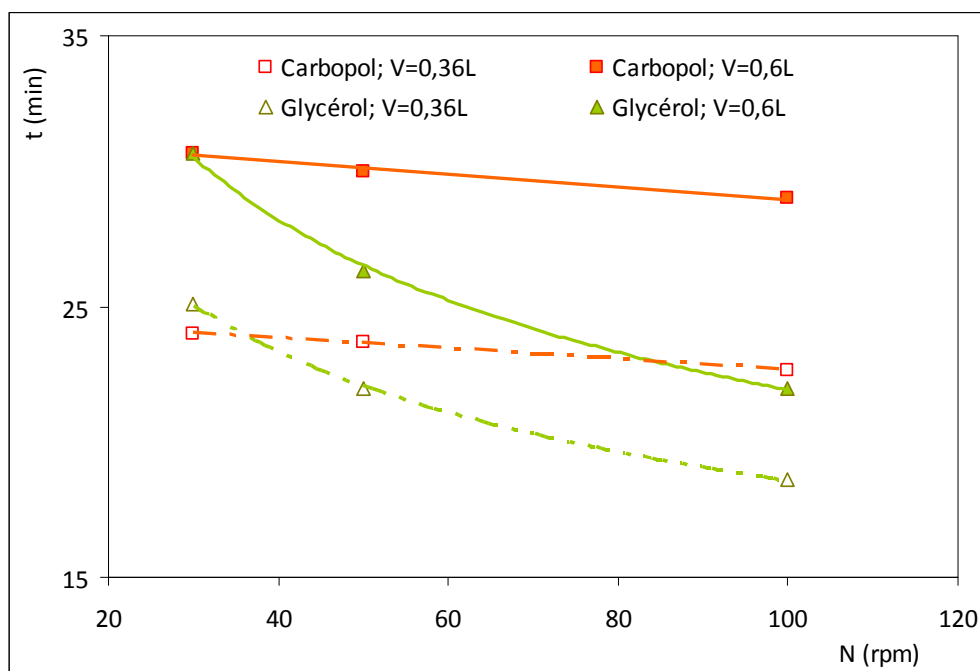


Figure III- 15 : Durée du refroidissement à vitesse constante, $t=f(N)$, $T_{ri} = 50^{\circ}\text{C}$ et $T_{r fin} = 25^{\circ}\text{C}$

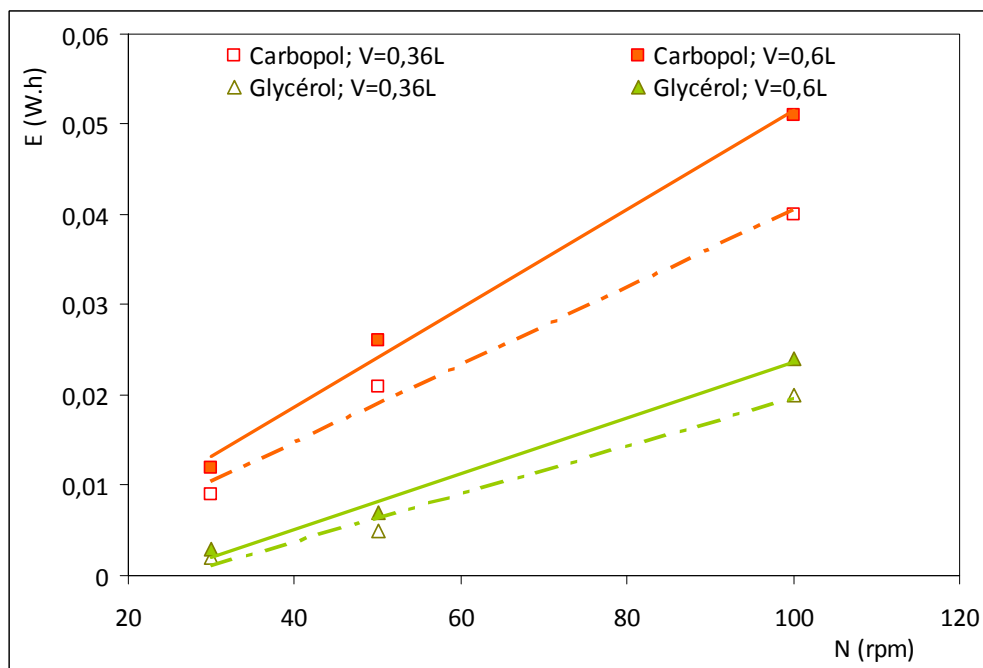


Figure III- 16 : Energie dissipée pour le refroidissement à vitesse constante, $E=f(N)$; $T_{ri} = 50^{\circ}\text{C}$ et $T_{r fin} = 25^{\circ}\text{C}$

Sur la [Figure III- 16](#) nous observons que l'énergie dissipée pour le refroidissement de Carbopol est nettement plus importante que celle dissipée dans le cas de Glycérol.

Les valeurs de l'énergie consommée et de la durée de refroidissement sont récapitulées dans la [Table III- 3](#).

IV.A. Coefficient de transfert thermique global et puissance consommée par unité de volume

Pour le calcul du coefficient d'échange nous considérons la température de la double enveloppe constante au cours du temps et les pertes thermiques sont négligées.

Les propriétés physico-chimiques du fluide dans le réacteur sont présentées dans le [Chapitre II](#).

A partir de l'équation du bilan thermique dans la cuve agitée ([équation III-10](#)), nous pouvons calculer le coefficient de transfert global.

La [Figure III- 17](#) donne la variation du coefficient d'échange global moyen pour le Glycérol au cours du refroidissement pour les vitesses d'agitation de 30 à 350rpm. Nous constatons que pour $N < 150\text{rpm}$ le coefficient d'échange global croît significativement avec la vitesse d'agitation. Pour $N > 150\text{rpm}$ la vitesse d'agitation a peu d'influence sur le coefficient d'échange (comme nous avons aussi vu sur le profil de $T_r = f(N)$ sur la [Figure III- 7](#).

La valeur du coefficient global varie peu avec la température du fluide.

La [Table III- 3](#) rassemble toutes les expériences avec du Glycérol et du Carbopol à vitesse d'agitation constante (de $30\text{rpm} \leq N \leq 100\text{rpm}$) avec la durée de chaque refroidissement en (min), les valeurs de l'énergie consommée par l'agitateur E (W.h), et les valeurs moyennes du coefficient de transfert global U_{moy} ($\text{W}/\text{m}^2\text{K}$).

Comme attendu, le coefficient de transfert augmente avec la vitesse d'agitation (dans cette gamme de vitesse d'agitation), donc l'échange thermique est meilleur. Plus le volume du réacteur est petit, plus le transfert de chaleur est favorisé. Pour les cuves agitées à double enveloppe, la gamme du coefficient d'échange est $200 < U < 500\text{W}/\text{m}^2\text{K}$. Dans notre cas la valeur est de $50 < U < 100\text{W}/\text{m}^2\text{K}$. Cette différence est due à la faible conductivité du verre ($1,2\text{W}/\text{mK}$ à 20°C) en comparaison de l'acier inoxydable ($26\text{W}/\text{mK}$), couramment utilisé pour les cuves agitées.

L'évolution $P/V = f(T_r)$ pour le Glycérol pour une large gamme de vitesses d'agitation (de 30rpm à 350rpm) sont présentées sur la [Figure III- 18](#).

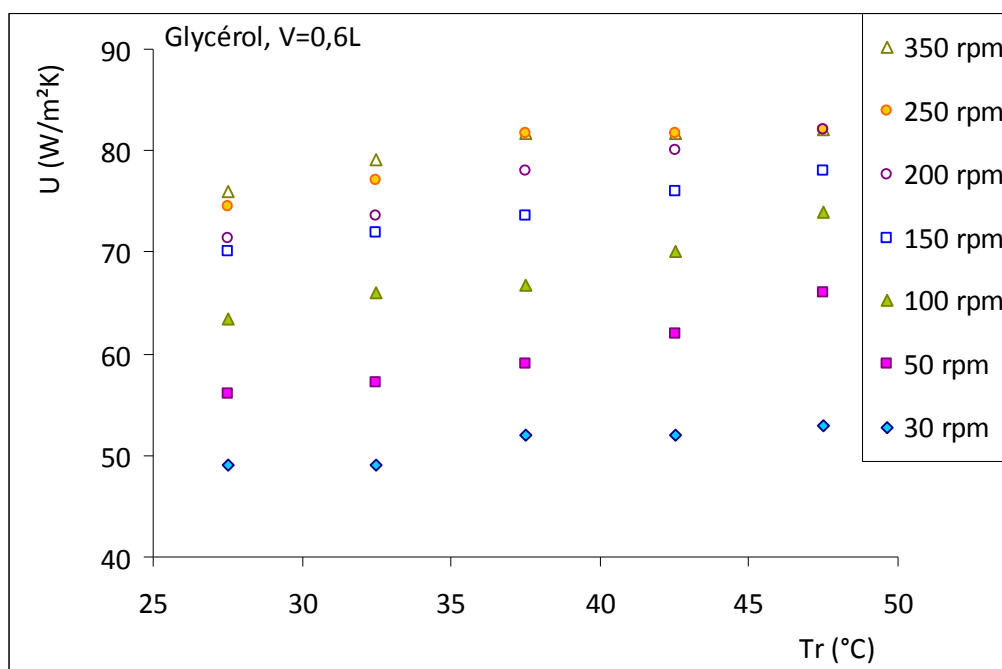


Figure III- 17 : Evolution du coefficient d'échange global avec la température et la vitesse d'agitation

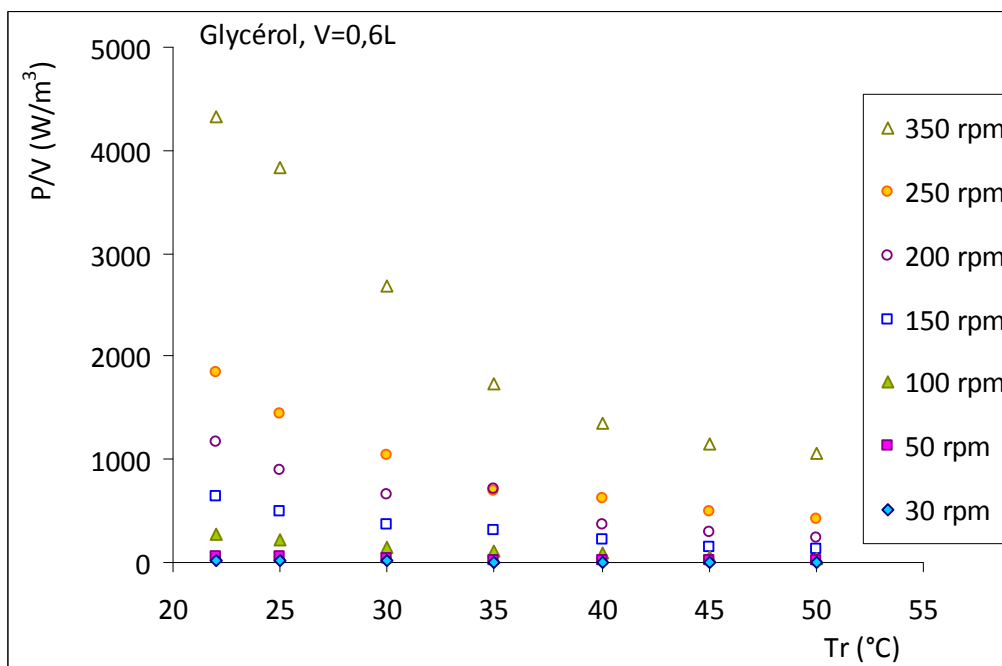


Figure III- 18 : Evolution de la puissance dissipée par unité de volume avec la température et la vitesse d'agitation (Glycérol)

Produit	Volume (L)	N (rpm)	Durée (min)	E _{totale} (W.h)	P/V _{min} (W/m ³)	P/V _{max} (W/m ³)	U _{moy} (W/m ² K)
Glycérol Gamme de Reynolds Re = de 5 à 98	0,36	30	25	0,01	4,4	23	57
		50	22	0,03	15	67	64
		100	19	0,10	61	287	76
	0,6	30	31	0,01	2,6	14	49
		50	26	0,03	9,2	40	60
		100	22	0,12	37	172	69
Carbopol Gamme de Reynolds Re _a = de 2 à 15	0,36	30	24	0,05	57	66	94
		50	24	0,12	130	153	94
		100	23	0,24	275	320	97
	0,6	30	31	0,07	35	40	74
		50	30	0,15	78	92	80
		100	29	0,30	165	192	82

Table III- 3 : Tableau récapitulatif des valeurs caractéristiques du transfert thermique, de la puissance, de l'énergie consommée et la durée des refroidissements à vitesse d'agitation constante ($T_{r\text{ fin}} = 25^{\circ}\text{C}$ et $V=0,36\text{L}$ et $0,6\text{L}$)

Le comportement rhéologique influence la puissance dissipée (P/V). Avec l'augmentation de la viscosité des fluides au cours du refroidissement, la puissance P/V , étant fonction de la viscosité, augmente aussi. Notons également que la puissance dissipée P/V augmente avec l'augmentation de la vitesse d'agitation. Dans la Table III- 3 nous donnons les valeurs minimales (au début du refroidissement) et les valeurs maximales (à la fin du refroidissement) de P/V . A partir de ces valeurs nous constatons que la puissance par unité de volume est plus importante pour le fluide viscoplastique, dû à sa viscosité plus importante. L'écart entre la valeur P/V_{min} et P/V_{max} est important pour le Glycérol, suite à la forte sensibilité de sa viscosité de la température. Cet écart dans le cas du Carbopol est faible.

V. Refroidissement à vitesse d'agitation variable

V.A. Méthodologie appliquée pour le choix des pilotages

Cette série d'expériences est conduite en effectuant un pilotage, ce qui consiste en une programmation de la vitesse d'agitation et de sa variation au cours du temps et ce par paliers. Ainsi, nous fixons une vitesse d'agitation N_1 (rpm) de début de refroidissement (à $T_r = 50^{\circ}\text{C}$), pour un intervalle de temps t_1 (min). Au bout de cette durée t_1 (min), une deuxième vitesse d'agitation N_2

(rpm) est fixée pour une durée t_2 (min). La fin de la dernière étape de refroidissement correspond à l'arrêt de l'expérience (à $T_{r\text{ fin}}$). Cette durée n'est pas déterminée au préalable.

Parmi les trois vitesses d'agitation (30, 50 et 100rpm), le refroidissement à 50 rpm est un bon compromis entre la durée du processus et l'énergie consommée. Ainsi dans cette étude expérimentale la durée $t_1 = 10\text{min}$ est définie arbitrairement égale à $\approx 1/3 t_{\text{totale}}$, ou $\approx 30\%-40\%$ de la durée totale du refroidissement à $N = 50\text{rpm}$ (où la durée de refroidissement varie de 25 à 30min). Pour le premier pilotage, nous avons choisi de démarrer le refroidissement à faible vitesse d'agitation ($N_1 = 30\text{rpm}$ en $t_1 = 10\text{min}$) et terminer à une forte vitesse d'agitation, tels que 100rpm. Pour le deuxième pilotage nous avons procédé dans le sens inverse (voir [Table III- 4](#)).

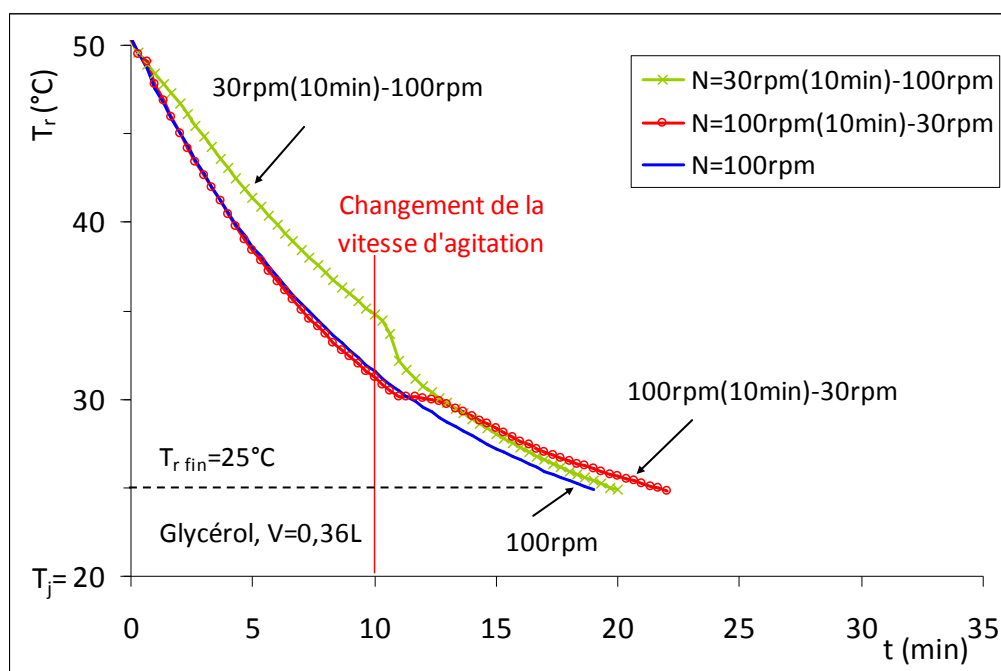
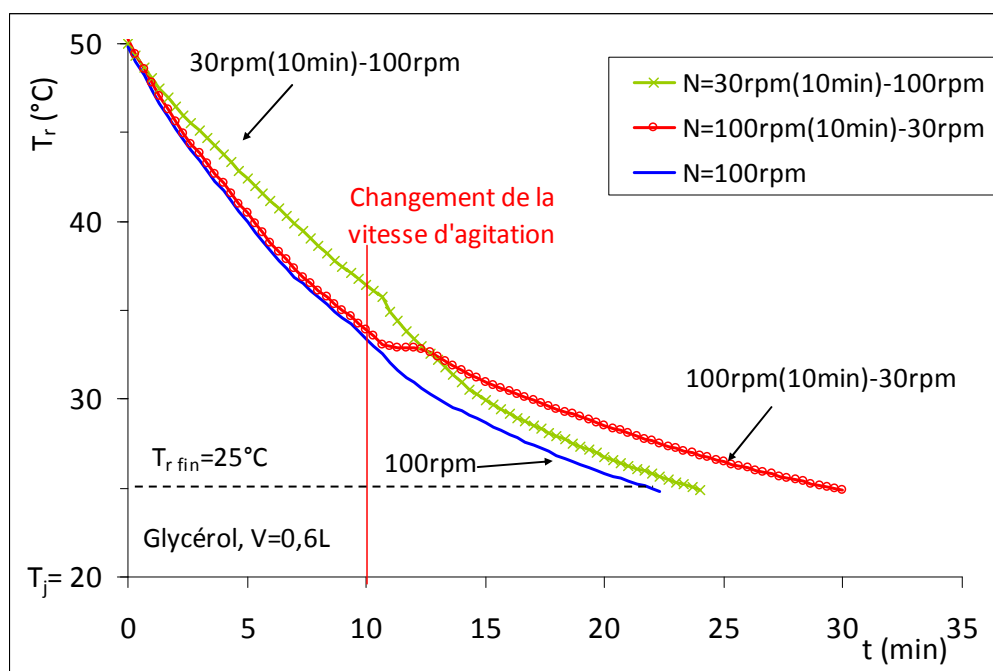
Fluide	Volume	Nom du pilotage	N_1 (rpm)	t_1 (min)	N_2 (rpm)	t_2 (min)
Glycérol et Carbopol	0,36L et 0,6L	30rpm(10min)-100rpm	30	10	100	Jusqu'à $T_{r\text{ fin}}$
		100rpm(10min)-30rpm	100	10	30	Jusqu'à $T_{r\text{ fin}}$

Table III- 4 : Pilotages réalisés, $T_{r\text{ fin}} = 25^\circ\text{C}$

Une étude comparative entre les expériences sera réalisée, en termes d'énergie consommée et durée de refroidissement.

V.B. Fluide Newtonien

Sur la [Figure III- 19](#) et [Figure III- 20](#) nous observons que, pour les deux volumes opérationnels, nous avons la même tendance. Le pilotage avec la durée de refroidissement la plus courte, est celui qui débute à 30rpm et qui termine à 100rpm. Au début du refroidissement ($T_r = 50^\circ\text{C}$) la viscosité du Glycérol est très faible (voir [Figure III- 2](#)) donc une faible vitesse à $N = 30\text{rpm}$ est suffisante pour assurer une bonne homogénéisation thermique. La deuxième vitesse plus élevée ($N = 100\text{rpm}$) assure une bonne homogénéisation du Glycérol, dont la viscosité a augmenté avec la diminution de la température.

Figure III- 19 : Profils de refroidissement avec pilotage du Glycérol pour $V = 0,36L$ Figure III- 20 : Profils de refroidissement avec pilotage du Glycérol pour $V = 0,6L$

V.C. Fluide Non-Newtonien

Le changement de la vitesse d'agitation à un instant donné (voir [Figure III- 21](#) et [Figure III- 22](#)), affecte le profil de $T_r = f(t)$ du Carbopol (contrairement à vitesse d'agitation constante) et donc modifie la durée de refroidissement. Ainsi pour $V = 0,36L$ (voir [Figure III- 21](#)), le pilotage à

$N=100\text{rpm}(10\text{min})-30\text{rpm}$ est le plus efficace en terme de durée du procédé en comparaison de l'expérience à vitesse constante $N = 100\text{rpm}$ et également en comparaison du pilotage qui débute à une faible vitesse 30rpm (pilotage $30\text{rpm}(10\text{min})-100\text{rpm}$). Dans ce cas, il semble plus intéressant de démarrer le refroidissement avec une vitesse d'agitation élevée et de le terminer avec la vitesse la plus faible. Nous avons confirmé cette tendance en réalisant plusieurs fois l'expérience. Pour comprendre les phénomènes à l'origine de ce comportement, il faudrait nous intéresser de façon plus approfondie aux écoulements générées dans cette configuration en mettant en œuvre des mesures locales des vitesses du fluide (techniques laser et simulations numériques).

Dans le cas du grand volume ($0,6\text{L}$), avec l'augmentation de la vitesse d'agitation à $t_1 = 10\text{min}$, nous observons une chute de la température et un mélange plus efficace. Avec la diminution de la vitesse d'agitation à $t_1 = 10\text{min}$, nous observons une augmentation de la température T_r et nous supposons un mauvais mélange (voir [Figure III- 22](#)).

Le passage de $0,36\text{L}$ à $0,6\text{L}$ modifie les écoulements du Carbopol. Dans le cas du plus grand volume, $V = 0,6\text{L}$, (voir le schéma du [Figure III- 10](#)), les champs de vitesse développés par l'ancre n'atteignent pas tout l'ensemble du fluide (comme à $H = T$). Donc, dans le milieu agité, les boucles de circulation ne sont pas distribuées uniformément et le champ de vitesse moyen varie d'une zone à l'autre. Le milieu visqueux ne subit pas le même cisaillement et le système est influencé en termes de capacité thermique. Ainsi des gradients de température sont créés.

A proximité des pales de l'agitateur le cisaillement est plus important, la viscosité apparente plus basse et nous sommes face à une bonne homogénéisation et un meilleur renouvellement du fluide à la paroi. En s'éloignant des pales de l'ancre nous pouvons supposer l'existence de zones de stagnation et de courts-circuits (à la surface du fluide par exemple). Ainsi, nous avons des volumes morts, à des températures différentes de celle de l'ensemble (présence de gradients de température cf. Shamlou (1980)). Suite à une augmentation de la vitesse d'agitation, ce volume mort est entraîné dans le milieu agité, ce qui correspond au changement de la pente de la courbe $T_r = f(t)$ dans la [Figure III- 21](#) et la [Figure III- 22](#).

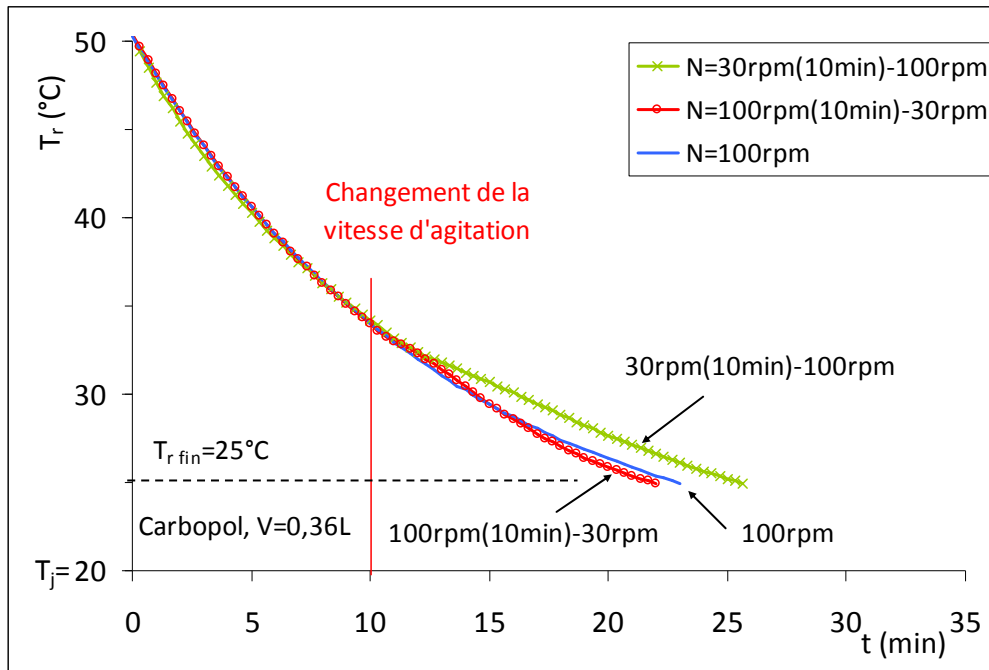


Figure III- 21 : Profils de refroidissement avec pilotage du Carbopol pour $V = 0,36L$

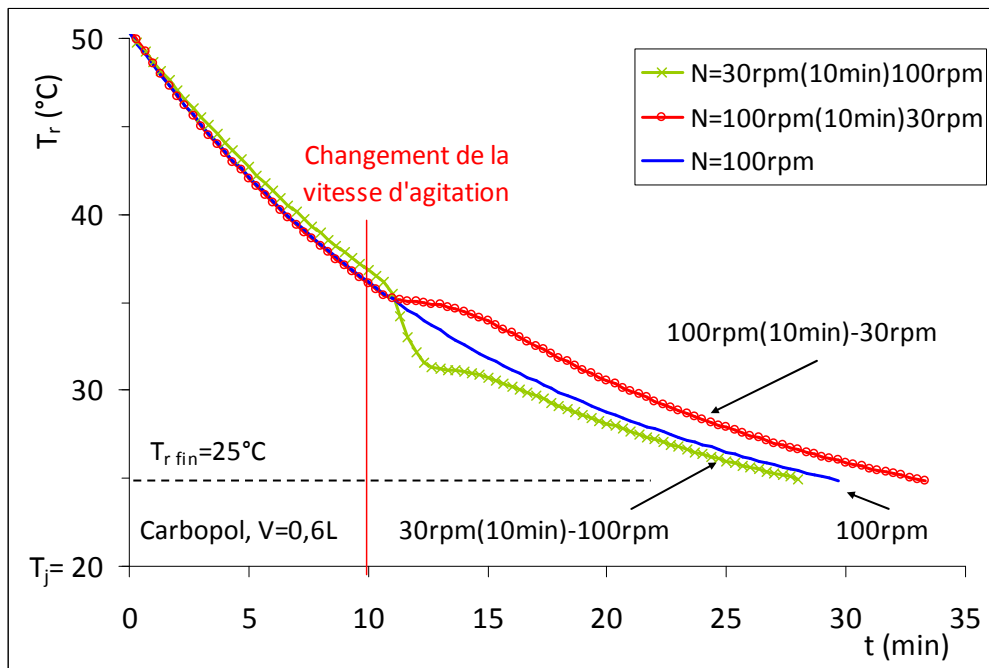


Figure III- 22 : Profils de refroidissement avec pilotage du Carbopol pour $V = 0,6L$

V.D. Effet de la nature du fluide

Afin de montrer l'effet de la nature du fluide nous présentons sur la [Figure III- 23](#) les profils de refroidissement du Glycérol et du Carbopol pour le pilotage qui débute à 30rpm et qui se termine à 100rpm. Le volume est fixé à 0,6L.

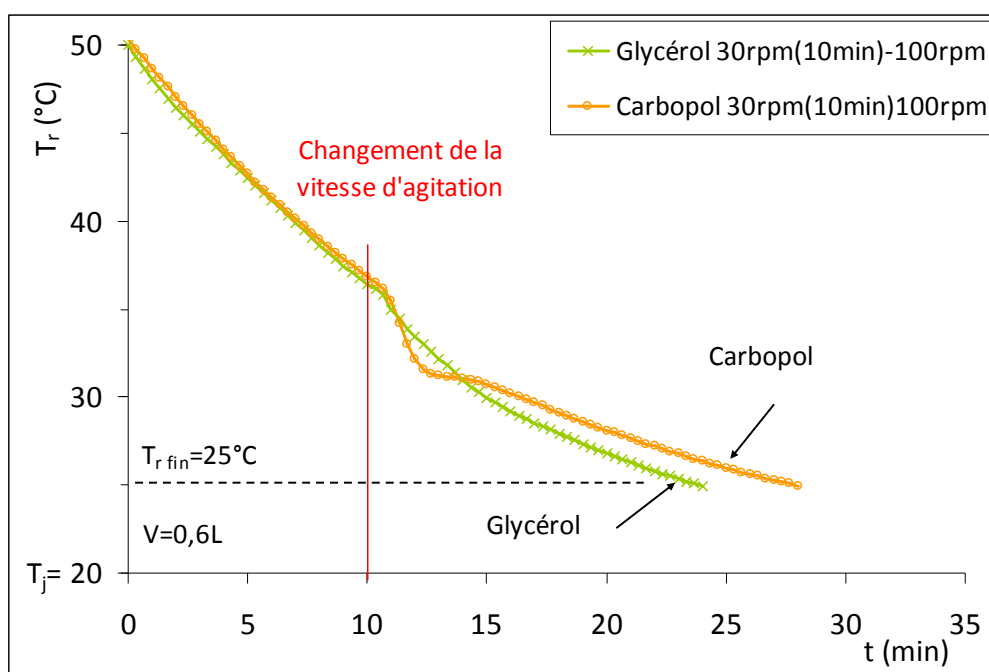


Figure III- 23 : Profils de refroidissement du Carbopol et du Glycérol avec le pilotage 30rpm(10min)-100rpm, pour V = 0,6L

Nous constatons que, comparé au profil du Glycérol, le profil du Carbopol est plus « sensible » au changement de la vitesse d'agitation. Cela est sûrement dû aux importants gradients de température (évoqués dans la partie V.C. Fluide Non-Newtonien), existants à faible vitesse d'agitation. Ainsi nous montrons l'intérêt de « perturber » les écoulements du fluide Non-Newtonien. La durée de refroidissement du Glycérol reste tout de même plus courte.

V.E. Comparaison des pilotages en terme d'énergie dissipée et de durée de refroidissement

Dans la Table III- 5 nous avons récapitulé les valeurs des données expérimentales. Ainsi nous pouvons comparer les durées obtenues par un refroidissement sans et avec pilotage. Pour ce faire, nous prenons pour comparaison l'expérience à vitesse $N=100\text{rpm}$ (référence), puisque à cette vitesse nous avons obtenu la plus courte durée.

Pour le Carbopol, le pilotage de la vitesse d'agitation réduit la durée de refroidissement, notamment le pilotage à $N = 100\text{-}30\text{rpm}$ à $V = 0,36\text{L}$ et celui à $N = 30\text{-}100\text{rpm}$ à $V = 0,6\text{L}$ où nous constatons une

réduction de la durée de ~5% dans les deux cas. Cependant, pour les pilotages avec le Glycérol nous n'avons pas détecté une réduction de la durée totale de refroidissement (par rapport à l'expérience à 100rpm). Plus loin, nous utilisons la même méthode d'étude comparative mais cette fois-ci en ce référant à l'énergie consommée durant l'expérience (avec [Equation III-8](#)).

Sur le tableau récapitulatif ([Table III- 5](#)) nous pouvons constater que le pilotage de la vitesse d'agitation a une influence sur l'énergie consommée ou/et sur la durée de refroidissement.

Parmi les expériences présentées sur la [Figure III- 21](#) [Figure III- 22](#), le pilotage qui commence à N=30rpm et qui se termine à N = 100rpm est le plus intéressant pour sa durée de refroidissement et la consommation énergétique. (Seule exception est le cas du Carbopol à V = 0,36L, dont nous avons déjà discuté). Ainsi pour les quatre pilotages à N = 30-100rpm, nous avons réduit la consommation d'énergie de 40 à 50%, ce qui est un gain intéressant (en comparaison de la consommation d'énergie pour le refroidissement à N = 100rpm).

Fluide	V (L)	N (rpm)	t (min)	surplus t	E _{totale} (W.h)	gain E
Glycérol	0,36	100	18,6	Référence	0,020	Référence
		30rpm(10min)-100rpm	19,7	+6%	0,013	-35%
		100rpm(10min)-30rpm	21,7	+17%	0,016	-20%
	0,6	100	22	Référence	0,024	Référence
		30rpm(10min)-100rpm	23,7	+8%	0,011	-54%
		100rpm(10min)-30rpm	28,7	+30%	0,017	-29%
Carbopol	0,36	100	22,7	Référence	0,040	Référence
		30rpm(10min)-100rpm	25,3	+11%	0,023	-43%
		100rpm(10min)-30rpm	21,7	-4,4%	0,025	-38%
	0,6	100	29	Référence	0,051	Référence
		30rpm(10min)-100rpm	27,7	-4,5%	0,031	-39%
		100rpm(10min)-30rpm	33	+14%	0,034	-33%

Table III- 5 : Energie dissipée et durée de refroidissement pour les pilotages, comparaison selon la vitesse d'agitation constante N = 100rpm, T_{r fin} = 25°C

VI. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons étudié le refroidissement de fluides visqueux dans une cuve agitée à l'échelle laboratoire. Nous avons réalisé des expériences à vitesse constante et avec pilotage de la vitesse d'agitation. Deux fluides de travail sont testés, Newtonien et viscoplastique, en régime d'écoulement laminaire et transitoire.

Nous avons déterminé les limites de l'influence de l'agitation sur le transfert thermique, la durée de l'opération et la quantité d'énergie consommée.

Dans le cas du fluide Newtonien, nous avons observé une diminution de la durée de refroidissement avec l'augmentation de la vitesse d'agitation. Une telle influence n'a pas été observée avec le fluide Non-Newtonien.

Le changement de la vitesse d'agitation au cours du refroidissement affecte le profil de température $T_r = f(t)$. Pour le fluide Newtonien, le pilotage qui commence à faible vitesse d'agitation et se termine à une vitesse importante s'est avéré le plus avantageux en terme d'énergie consommée (comparé à la vitesse de référence $N = 100\text{rpm}$). Le profil de température $T_r = f(t)$ du fluide Non-Newtonien est affecté par le changement de la vitesse d'agitation et cela a un impact avantageux simultanément sur le coût énergétique et la durée de refroidissement.

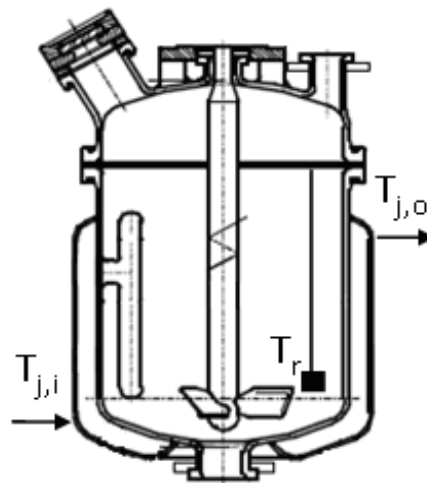
Ces études ont montré que le pilotage de la vitesse d'agitation durant l'étape de refroidissement de fluides visqueux mérite d'être mis en place.

La validité des tendances observées lors de cette partie expérimentale sera vérifiée à plus grande échelle (réacteur De Dietrich de 60L) dans le chapitre qui suit.

CHAPITRE IV

REFROIDISSEMENT DE FLUIDES COMPLEXES EN CUVE AGITEE.

ETUDES A ECHELLE PILOTE



Ce chapitre est consacré au refroidissement en cuve agitée De Dietrich de 60L. Comme nous avons vu dans le Chapitre II Matériel et méthode, c'est une cuve agitée double enveloppe, à trois chicanes et à surface émaillée (cf. [Figure IV- 1](#)). Le mobile d'agitation est une turbine à 3 pales profilées.

Dans nombreux cas de production industrielle une cuve agitée, ainsi équipée d'un agitateur hélice ou turbine et munie de chicanes, est utilisée. Depuis la fabrication au conditionnement, les fluides complexes subissent plusieurs changements physico-chimiques. Leur refroidissement est souvent réalisé « in situ », dans les mêmes cuves, utilisées pour la production. Au cours de ce processus avec la baisse de la température, la viscosité devient importante et les géométries ne sont souvent pas adaptées au refroidissement de tels fluides.

Dans le chapitre précédant ([Chapitre III](#)) nous avons étudié le pilotage à petite échelle. Ainsi, dans la partie qui suit, nous voulons transposer les tendances et l'intérêt de mettre en place le pilotage (observés dans le RC1e) sur une échelle industrielle.

Nous soulignons par la suite les trois critères de base de cette étude :

- L'homogénéité en température ;

En industrie, lors du refroidissement « in situ », le mobile d'agitation n'est souvent pas adapté au transfert thermique et il n'est pas capable d'assurer une homogénéité thermique sur tout le volume du fluide. Ainsi une mauvaise homogénéité thermique est souvent présente au sein des fluides visqueux dans des cuves à grand volume.

- La puissance mécanique consommée;

La puissance consommée par l'agitateur traduit une grande partie la puissance totale consommée pour le procédé.

- La durée de refroidissement ;

Pour l'industriel, le facteur « durée » d'une opération est souvent d'une même importance que la consommation énergétique. Une opération limitée par le temps signifie un plus faible rendement et moins de capacité de production.

Tous ces trois aspects seront discutés dument dans ce chapitre.

I. Paramètres de fonctionnement et caractérisation du système

Avant de présenter les profils de refroidissement à vitesse d'agitation constante et variable, nous exposons quelques points importants pour le traitement des données expérimentales, comme le choix de la vitesse d'agitation du refroidissement et quelle température utiliser pour le calcul des propriétés physico-chimiques des fluides (pour enfin estimer le nombre de Reynolds et Prandtl). Ce dernier demande une discussion sur la présence des gradients de température au sein de la cuve.

Nous avons appliqué la même méthodologie que pour le réacteur RC1e pour la caractérisation des performances hydrauliques, l'estimation du régime d'écoulement, l'échange thermique et la quantité d'énergie dissipée par l'agitateur de la cuve De Dietrich.

I.A. Vitesse périphérique

A partir de l'équation III-1, utilisée dans le chapitre précédent (Chapitre III) nous avons calculé la vitesse périphérique v (m/s). La valeur conseillée pour l'utilisation de ce type d'agitateur à trois pales, pour obtenir un mélange efficace (d'après le fabricant) est de l'ordre de :

$$1\text{m.s}^{-1} < \pi ND < 3\text{m.s}^{-1}$$

IV- 1

Par conséquent, nous avons choisi des vitesses périphériques de 1m/s (63rpm) et de 2,7m/s (170rpm).

I.B. Constante de Metzner et Otto, K_{MO}

En absence de couplemètre sur le système d'agitation, nous nous basons sur les données de la littérature, pour un mobile à trois pales pour la valeur de la constante de Metzner et Otto : nous prendrons une valeur moyenne $K_{MO} = 12$ ($11 \leq K_{MO} \leq 13$ (cf. Xuereb (2006))).

Le cisaillement moyen, la viscosité apparente (dans le cas du Carbopol) et le nombre de Reynolds sont calculés à partir les équations III- 3, - 4, - 5, - 6, utilisées dans le Chapitre précédant (III).

Pour la gamme de vitesse d'agitation appliquée le cisaillement moyen est de l'ordre de :

$$12\text{s}^{-1} \leq \dot{\gamma} \leq 34\text{s}^{-1}$$

IV- 2

I.C. Nombre de Puissance

La méthodologie utilisée pour le calcul de la puissance consommée est la même que pour le RC1e. Le constructeur nous a fourni le nombre de Puissance caractéristique, N_p , pour l'agitateur Optifoil, pour un fluide Newtonien, présenté par l'expression IV- 3 (voir le tracé de la courbe en ANNEXE C) :

$$N_p = 0,34 + \frac{47,75}{Re} + \frac{0,8168}{Re^2} \quad \text{IV- 3}$$

Ensuite la puissance dissipée et l'énergie consommée sont calculées à partir les équations III-7 et III-8, déjà utilisées dans le Chapitre III.

I.D. Coefficient d'échange global

Le système est isolé et les pertes thermiques sont négligées. De l'équation de l'équilibre thermique en cuve agitée, on peut calculer le coefficient de transfert thermique global (Kern (1965)) :

$$U = \frac{M \cdot Cp}{A \cdot t} \ln \frac{T_{r,i} - T_{j,i}}{T_{r,f} - T_{j,i}} \quad \text{IV- 4}$$

A est la surface d'échange $A = 0,6\text{m}^2$ et t est la durée de refroidissement.

L'influence des caractéristiques du côté de la double enveloppe et du fluide utilisé n'est pas étudiée. Le coefficient d'échange local est calculé du côté fluide agité, qui est la plus grande résistance au transfert thermique.

I.E. Homogénéité en température au sein de la cuve agitée.

La Figure IV- 1 présente les deux capteurs de température et leur positionnement au sein de la cuve De Dietrich.

La sonde du fond de la cuve, T_f , n'est pas en contact direct avec le fluide. La prise de température est réalisée à travers un doigt de gant, donc par conduction. La prise de température par la sonde T_r est directe, le capteur est plongé dans le fluide et la mesure est réalisée par convection.

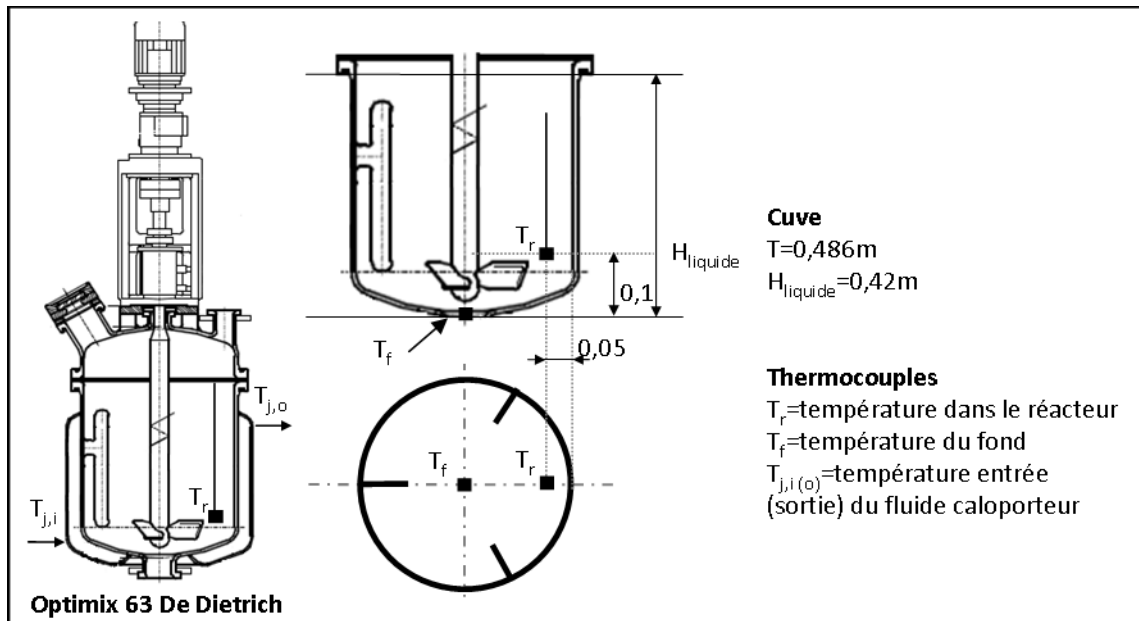


Figure IV- 1 : Schéma du montage du réacteur De Dietrich, emplacement des thermocouples

Comme nous avons déjà noté dans le [Chapitre II](#), une troisième température du fluide a été prise : la température de surface (avec le thermomètre infrarouge). Cette température n'est pas utilisée dans nos calculs mais reste un point de vérification de la température de surface.

La température mesurée à la surface du Glycérol est du même ordre de grandeur que la température T_r . Dans le cas du Carbopol, la valeur mesurée est jusqu'à 10°C plus basse que la température dans le réacteur T_r à faible vitesse d'agitation.

A titre de référence, nous avons réalisé une expérience à l'eau qui nous servira de vérifier la différence entre les deux mesures de T_r et de T_f . Nous avons constaté une différence de mesure de moins de 0,4°C. Pour des températures du fluide $T_r > 40^\circ\text{C}$ la température mesurée par la sonde du fond T_f est toujours plus basse que celle mesurée par la sonde dans le réacteur T_r .

Ensuite afin de quantifier l'écart entre la température au sein du fluide T_r et la température du fond T_f , nous présentons l'évolution de la température T_f en fonction de la vitesse d'agitation, pour une température T_r de 75°C à 35°C ([Figure IV- 2 \(a\), \(b\) et \(c\)](#)). Ces points sont pris dans la dynamique du refroidissement à vitesse d'agitation constante.

La position du capteur T_r est à proximité de la pale du mobile d'agitation, où les écoulements sont bien développés et la mesure de la température est plus représentative en comparaison de celle du capteur du fond T_f .

Nous observons qu'avec l'augmentation de la vitesse d'agitation la différence entre les deux mesures de température diminue. Le fluide Non-Newtonien présente un plus grand écart des deux

températures en comparaison avec le fluide Newtonien (dû aux écoulements mieux développées au sein le Glycérol).

Les Figure IV- 2 (b) et (c) montrent la différence de comportement des deux fluides Non-Newtoniens : Carbopol 0,1% (1) et (2). La viscosité apparente du Carbopol (1) est approximativement deux fois plus importante que celle du Carbopol (2) (Figure IV- 10 (a) et Figure IV- 11 (a)). Cela est dû à l'importante valeur de la contrainte seuil et de la consistance. Ainsi, même à importante vitesse d'agitation, la viscosité apparente du Carbopol (1) reste importante et l'écart entre les deux températures de T_r et T_f est significatif.

* Il est important de noter que deux températures de mesure ne peuvent en aucun cas donner une image précise des gradients de température existants dans tout le volume de la cuve. Faute de capteurs supplémentaires, nous avons tout de même supposé que plus la différence entre T_r et T_f est petite, plus l'homogénéisation thermique du fluide dans la cuve est meilleure.

La température T_r est prise comme référence (pour le calcul des propriétés physico-chimiques des fluides) parce que le capteur se trouve à proximité de la pale du mobile d'agitation où la zone est bien homogénéisée. Ainsi nous avons défini un nombre de Reynolds critique qui correspond à une vitesse d'agitation qui permet une différence des températures T_f et T_r autour de $\leq \pm 5\%$ de T_r . (Figure IV- 2), (cf. Shamlou et Edwards (1986)).

$$Re_{cr} = 39.10^3 . Pr^{-0,9}$$

IV- 5

La puissance du nombre de Prandtl dans notre cas est égale à -0,9, cela reste dans le même ordre de grandeur que la valeur obtenue par Shamlou et Edwards (1986) : -1,3. Il faut tenir compte du fait que ces auteurs ont étudié de manière très précise les gradients de température au sein de la cuve, équipée d'un ruban hélicoïdal.

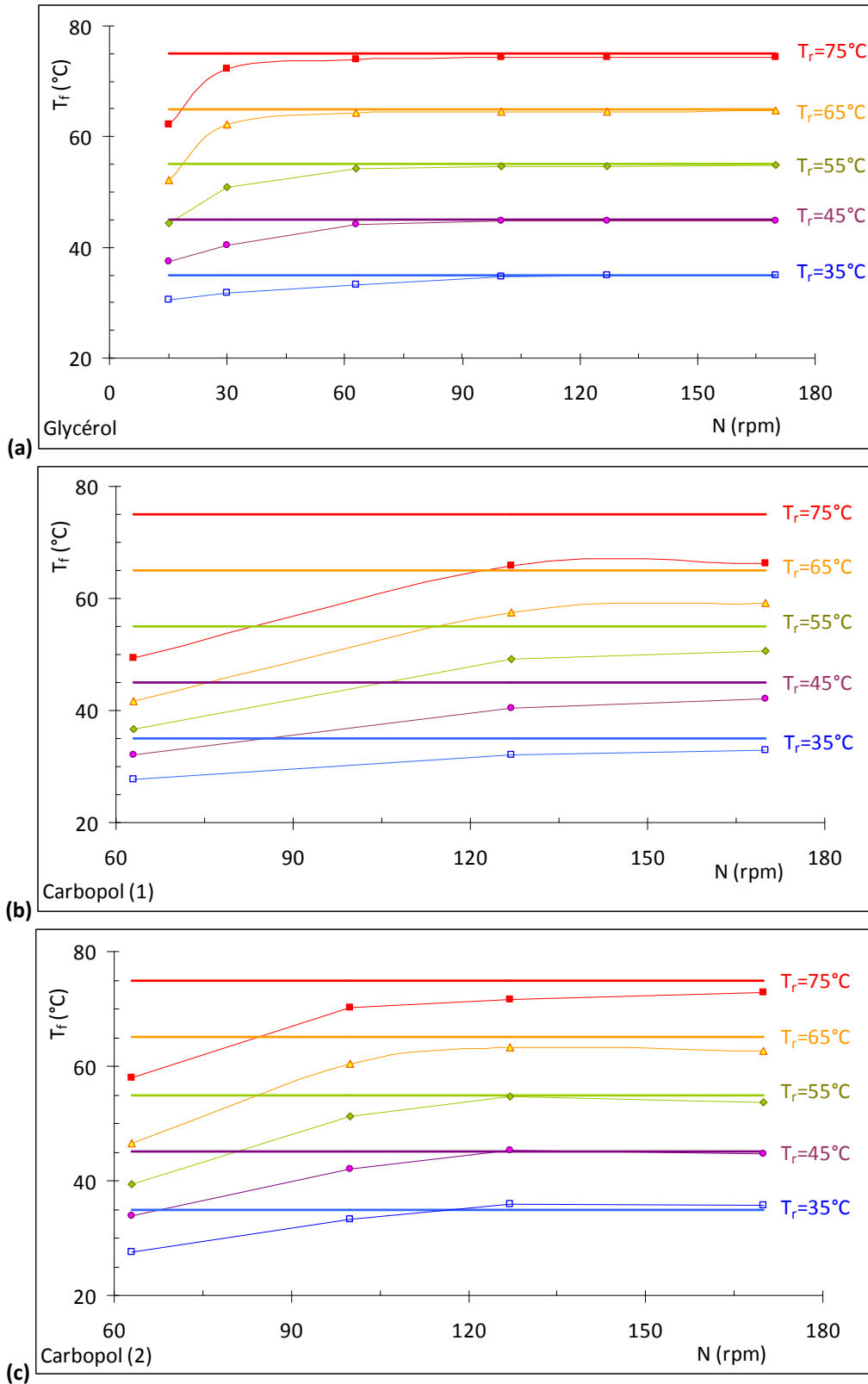


Figure IV- 2 : Représentation de l'écart entre les températures T_r (lignes) et T_f (lignes avec des points) en fonction de la vitesse d'agitation pour : (a) Glycérol ; (b) Carbopol 0,1% (1), $\tau_0 = -0,1315 T(^{\circ}\text{C}) + 21,683$, $m = -0,0188 T(^{\circ}\text{C}) + 4,7917$, $n = 0,427$, pour $20 \leq T \leq 80^{\circ}\text{C}$ et $0,1 \leq \dot{\gamma} \leq 200 \text{s}^{-1}$; (c) Carbopol 0,1% (2), $\tau_0 = 0,1633 T(^{\circ}\text{C}) + 1,558$; $m = -0,0535 T(^{\circ}\text{C}) + 5,9511$, $n = 0,417$, pour $20 \leq T \leq 80^{\circ}\text{C}$ et $0,1 \leq \dot{\gamma} \leq 200 \text{s}^{-1}$

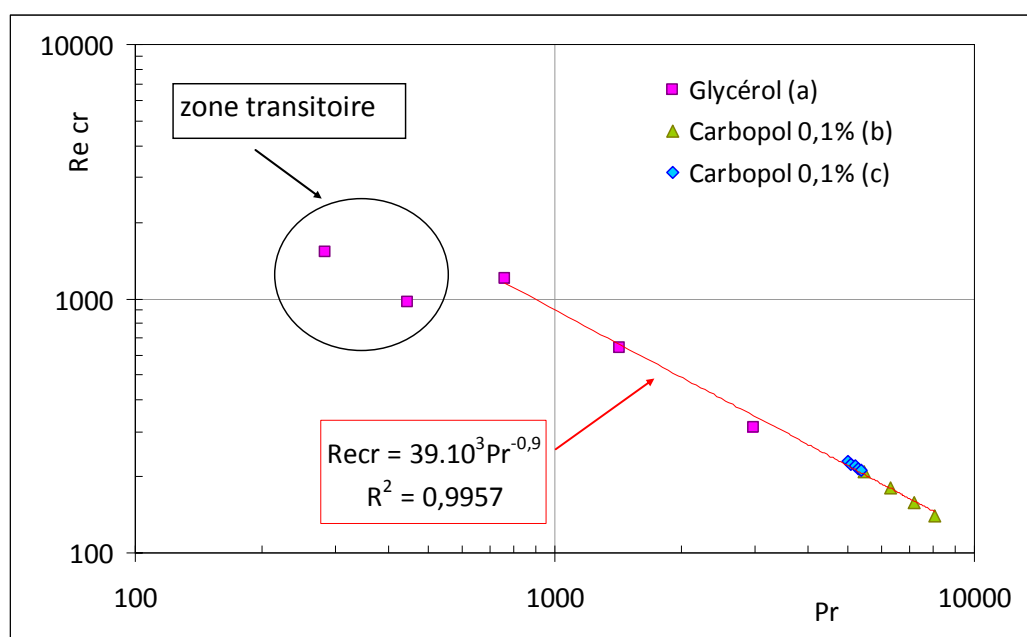


Figure IV- 3 : Nombre de Reynolds critique pour la gamme étudiée de nombre de Prandtl. A partir des données de T_r et T_f dans la [Figure IV- 2](#) (a), (b) et (c) pour Glycérol (a), Carbopol 0,1% (b) et Carbopol 0,1% (c).

Au-dessous de la valeur critique de Reynolds nous avons supposé que le profil d'écoulement n'a pas été assez développé et le fluide n'est pas bien homogénéisé.

De plus, une mauvaise homogénéisation, surtout à la fin du refroidissement, peut poser des problèmes sur l'étape de conditionnement et la qualité du produit final (texture, couleur, aspect). Ce Reynolds critique nous servira lors du choix de la vitesse d'agitation pour les expériences de pilotage dans la [partie III](#) de ce chapitre.

Notons aussi que le critère d'homogénéité peut varier significativement avec les contraintes de l'industriel : en fonction de l'application, la nature du fluide (caractéristiques physico-chimiques), le système d'agitation et la géométrie de la cuve. Ainsi, dans le cas d'une opération de cristallisation, de prise de masse ou de décantation, les critères d'homogénéité de la température ne seront pas de la même importance que dans notre cas d'étude.

II. Refroidissement à vitesse d'agitation constante

Dans un premier temps les expériences ont été effectuées à une vitesse d'agitation constante. La température finale $T_{r\text{ fin}}$ est de 30°C.

Certaines expériences, réalisées à basse vitesse d'agitation, ont une durée de refroidissement très importante et la température $T_{r\text{ fin}}$ de 30°C n'est pas toujours atteinte en un temps correct.

II.A. Fluide Newtonien

II.A.1. Influence de la vitesse d'agitation sur la dynamique de refroidissement

Sur la [Figure IV- 4](#) nous présentons les courbes de l'évolution de la température du Glycérol dans le réacteur T_r avec le temps, pour différentes vitesses d'agitation. ($15 \leq N \leq 170$ rpm).

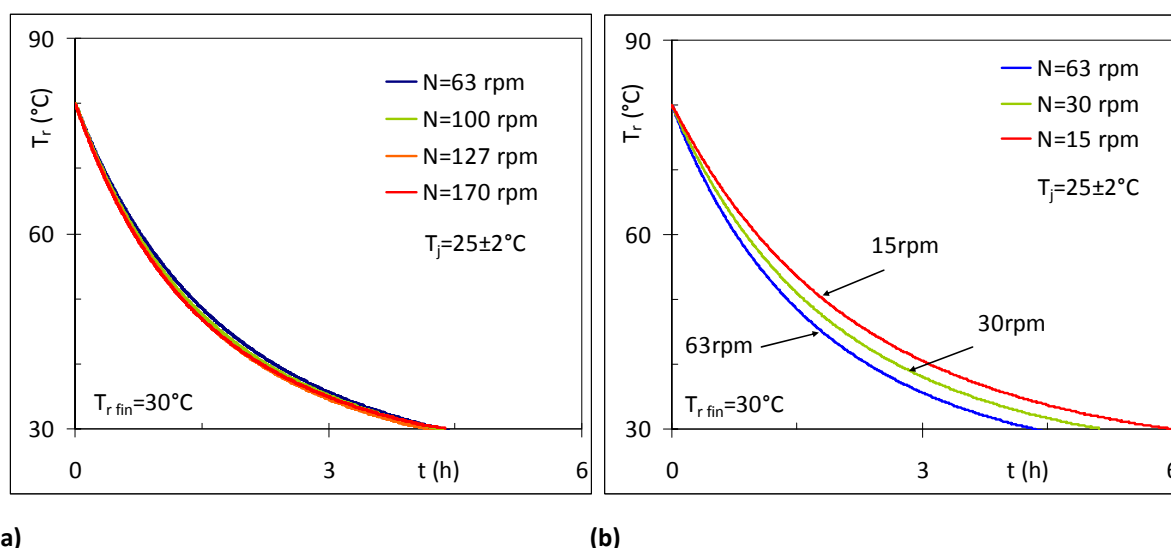


Figure IV- 4 : Profils de température T_r pour un refroidissement de $\Delta T_r = 50^\circ\text{C}$ (de 80°C à 30°C) pour différentes vitesses d'agitation (Glycérol 98%, $T_j = 25 \pm 2^\circ\text{C}$, $V = 60\text{L}$, $15 \leq N \leq 170$ rpm)

Sur la [Figure IV- 4 \(a\)](#) nous observons que les profils de température pour une vitesse d'agitation entre $63 \leq N \leq 170$ rpm ($1\text{m/s} \leq v \leq 2,7\text{m/s}$) sont comparables. Cela est dû au régime d'écoulement bien développé, nous sommes dans une gamme de Reynolds qui va de 200 (pour 63rpm et à la fin de refroidissement) jusqu'à ≈ 10000 en début du refroidissement (pour des vitesses d'agitation de 170rpm et de $T_r \approx 80^\circ\text{C}$, correspondant à des viscosités faibles) (voir [Figure IV- 5](#)). Dans cette gamme de Reynolds, nous sommes dans les limites du régime transitoire, l'agitation est très efficace et nous sommes dans des bonnes conditions de fonctionnement.

Ensuite, afin d'observer l'influence de l'agitation sur le refroidissement, nous nous plaçons au-dessous de la valeur de vitesse périphérique conseillée, 1m/s , (par le constructeur) et des expériences, à des vitesses d'agitation inférieures à 63rpm, sont réalisées. Sur la [Figure IV- 4 \(b\)](#) est observé que la durée de refroidissement diminue avec l'augmentation de la vitesse d'agitation.

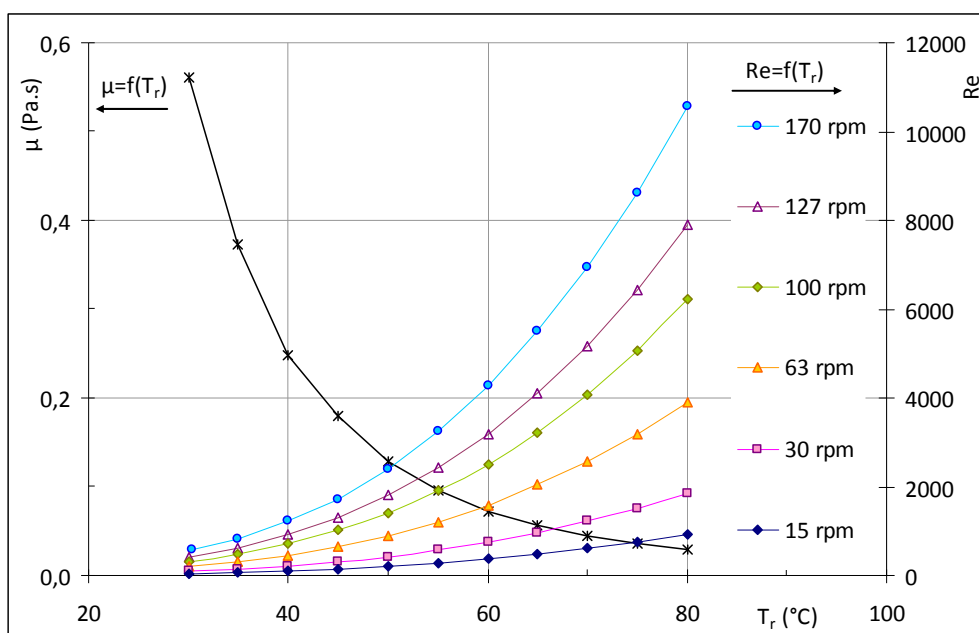


Figure IV- 5 : Evolution du nombre de Reynolds au cours du refroidissement, pour les différentes vitesses d'agitation

La Figure IV- 6 met en évidence la dissipation visqueuse et son effet sur la température du fluide T_r . L'importante énergie dissipée par l'agitation à $N = 170\text{rpm}$ ralentit le refroidissement (traduit par une diminution de la pente de $T_r = f(N)$). Ainsi, la vitesse de refroidissement à $N = 127\text{rpm}$ est plus importante que celle à $N = 170\text{rpm}$. Cela montre que le fonctionnement à des vitesses d'agitation trop élevées, ne rend pas la durée de refroidissement plus courte. L'écart de température entre ces les deux profils reste tout de même négligeable et dans l'ordre de grandeur de l'erreur de mesure de température.

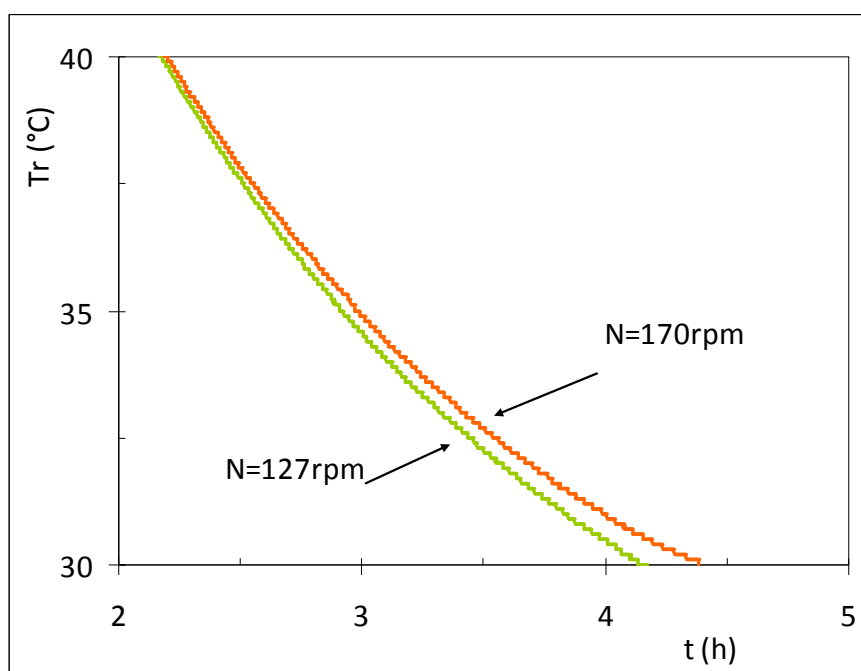


Figure IV- 6 : Profils de température $T_r = f(t)$ du Glycérol, pour $N = 127\text{rpm}$ et 170rpm et mise en évidence de la dissipation visqueuse

II.A.2. Energie dissipée et durée de refroidissement selon la vitesse d'agitation et la température finale de refroidissement

Dans le chapitre précédent (Chapitre III), nous avons comparé l'énergie dissipée et la durée, en fonction de la température finale de refroidissement ($T_{r\text{ fin}}$). Dans la pratique, le choix de $T_{r\text{ fin}}$ est pris en tenant compte de la dépendance de la viscosité du fluide avec la température, au moment d'arrêt du refroidissement, le fluide doit être « manipulable » pour le conditionnement. Dans ce contexte nous comparons différentes températures $T_{r\text{ fin}}$ de 30, 35 et 40°C, cette fois-ci à échelle pilote. Globalement, la durée de refroidissement diminue avec l'augmentation de la vitesse d'agitation (voir Figure IV- 7). Cependant une vitesse d'agitation $N > 63\text{rpm}$ n'a plus d'influence sur la durée de refroidissement (comme déjà constaté dans le paragraphe précédent). Une vitesse d'agitation $N > 63\text{rpm}$ signifie une augmentation sensible du coût énergétique et non, une diminution de la durée (voir Figure IV- 7). Cela s'explique par le fait que le mobile d'agitation, comparé à une faible vitesse d'agitation, dissipe par des frottements visqueux une quantité plus importante d'énergie.

Il existe une vitesse d'agitation optimale, autour de 63rpm (nommée : la vitesse d'agitation « critique ») indépendante de la température finale de refroidissement $T_{r\text{ fin}}$.

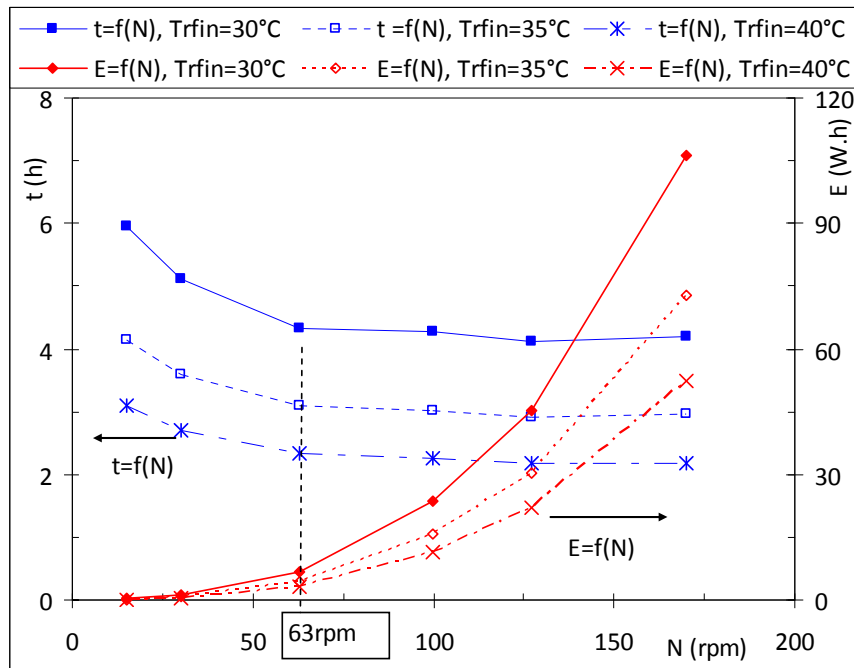


Figure IV- 7 : Energie dissipée et durée de refroidissement pour le refroidissement du Glycérol, $T_j = 25 \pm 2^\circ\text{C}$

Pour refroidir de 5°C de plus (de 40°C à 35°C), la consommation énergétique augmente de 50% et pour atteindre $T_{r\text{ fin}} = 30^\circ\text{C}$, l'énergie consommée est quasiment deux fois plus importante que celle consommée pour $T_{r\text{ fin}} = 40^\circ\text{C}$. La durée nécessaire pour refroidir de 5°C de plus (de 40°C à 35°C) est d'environ 50% plus importante que la durée pour $T_{r\text{ fin}} = 40^\circ\text{C}$ et deux fois plus importante pour refroidir jusqu'à 30°C . Ainsi, nous avons montré que dans la pratique, il faut choisir avec vigilance la température $T_{r\text{ fin}}$ et refroidir quelques degrés de plus, peut augmenter le coût de l'opération, surtout quand il s'agit des fluides dont la viscosité est en forte dépendance de la température (comme le cas du Glycérol, voir [Figure IV- 5](#)).

II.B. Fluide Non-Newtonien

II.B.1. Influence de la vitesse d'agitation sur la dynamique de refroidissement

Pour les expériences avec le Carbopol (1), à vitesse d'agitation constante, nous avons travaillé à 63rpm, 127rpm et 170rpm (respectivement à 1m/s, 2m/s et 2,7m/s vitesse périphérique). La [Figure IV- 8](#) illustre l'évolution de la température du fluide T_r avec la durée de refroidissement, en fonction de la vitesse d'agitation. Les courbes de $N = 127\text{rpm}$ et $N = 170\text{rpm}$ sont quasi superposées. Cela est sûrement dû à l'importante chaleur dissipée par l'agitation à 170rpm, qui diminue la vitesse de refroidissement. Pour la série d'expériences avec le Carbopol (2), nous avons ajouté une quatrième vitesse d'agitation $N = 100\text{rpm}$ (1,6m/s) dans le but d'avoir une vitesse intermédiaire ([Figure IV- 9](#)).

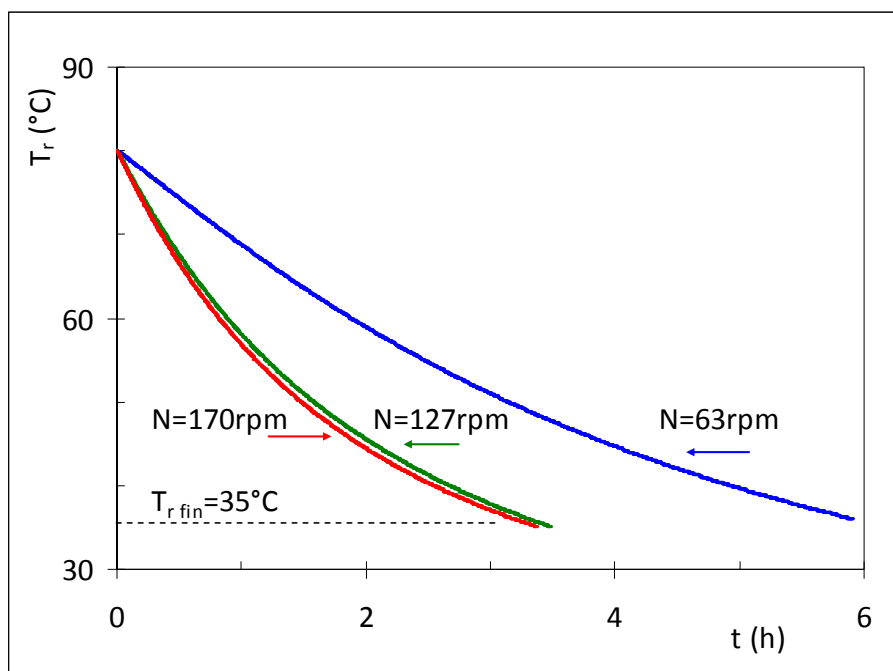


Figure IV- 8 : Profils de température, T_r pour un refroidissement de $\Delta T_r = 45^\circ\text{C}$ ($T_{r\text{ fin}} = 35^\circ\text{C}$) Carbopol (1), avec $\tau_0 = -0,1315T(^\circ\text{C}) + 21,683$, $m = -0,0188T(^\circ\text{C}) + 4,7917$, $n = 0,427$ pour $20 \leq T \leq 80^\circ\text{C}$ et $0,1 \leq \dot{\gamma} \leq 200\text{s}^{-1}$, $T_j = 25 \pm 2^\circ\text{C}$

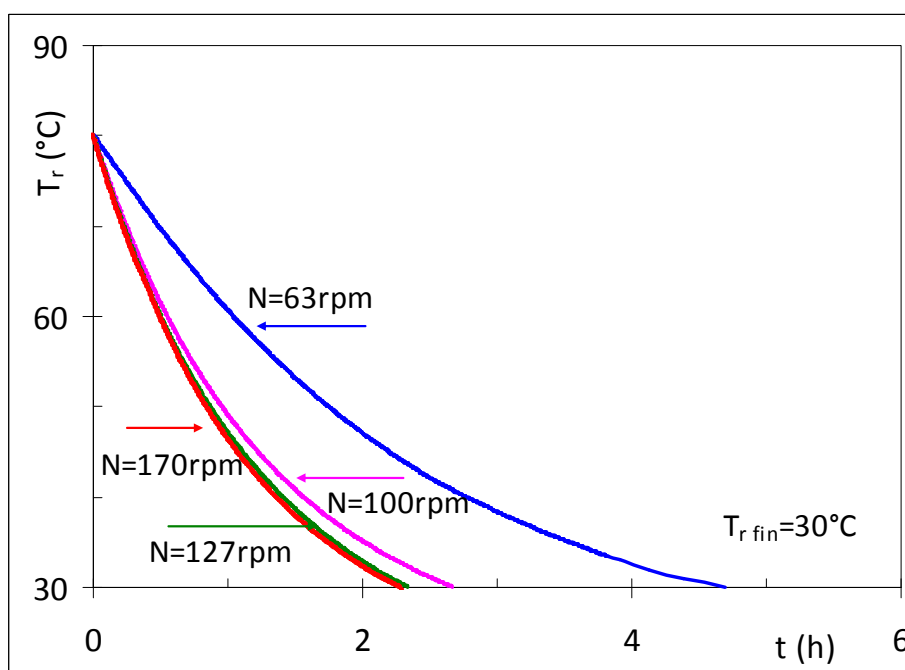


Figure IV- 9 : Profils de température, T_r pour un refroidissement de $\Delta T_r = 50^\circ\text{C}$ ($T_{r\text{ fin}} = 30^\circ\text{C}$), Carbopol (2) avec $\tau_0 = 0,1633T(^\circ\text{C}) + 1,558$; $m = -0,0535T(^\circ\text{C}) + 5,9511$, $n = 0,417$, pour $20 \leq T \leq 80^\circ\text{C}$ et $0,1 \leq \dot{\gamma} \leq 200\text{s}^{-1}$, $T_j = 20 \pm 1^\circ\text{C}$

La Figure IV- 10 et la Figure IV- 11 présentent l'évolution de la viscosité apparente et du nombre de Reynolds apparent au cours du refroidissement, pour les vitesses d'agitation étudiées.

La viscosité apparente du Carbopol (1) est plus importante que celle du Carbopol (2), et est plus sensible aux changements de la température (Figure IV- 10 (a)). La thermosensibilité du Carbopol (2) est peu prononcée (Figure IV- 11 (b)). Ces importantes différences entre les deux Carbopol sont sûrement dues aux erreurs de préparation : le poids du Carbopol et de l'eau, caractéristiques de l'eau déminéralisée, erreurs sur la neutralisation (bien que le pH de la solution finale soit toujours de l'ordre de 7, une petite différence de sa valeur peut changer significativement le comportement du fluide).

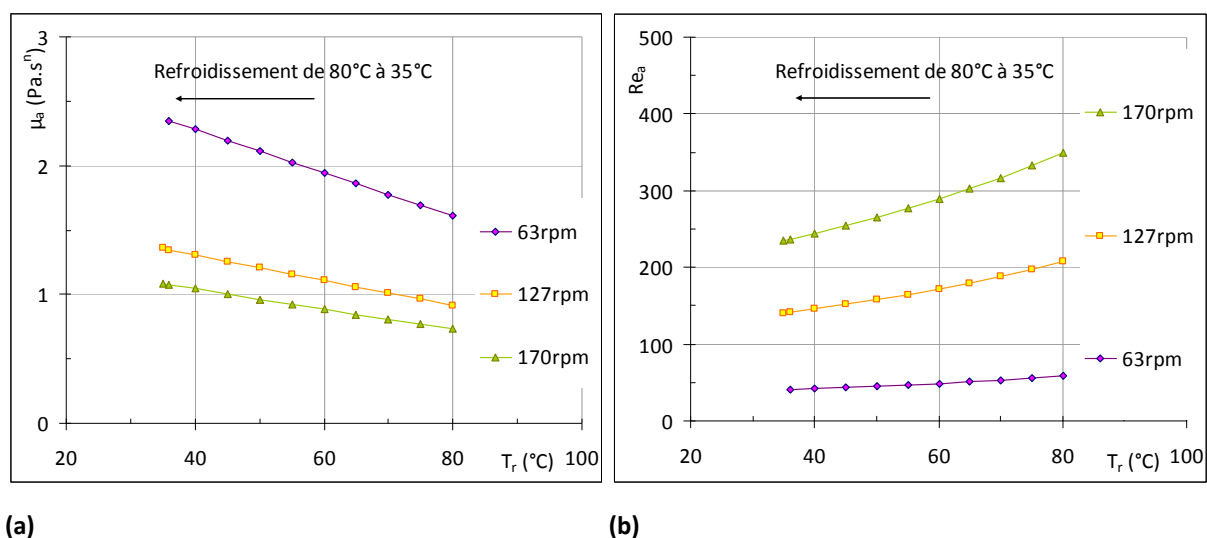


Figure IV- 10 : Evolution de la viscosité apparente (a) et du nombre de Reynolds apparent (b) au cours du refroidissement du Carbopol (1)

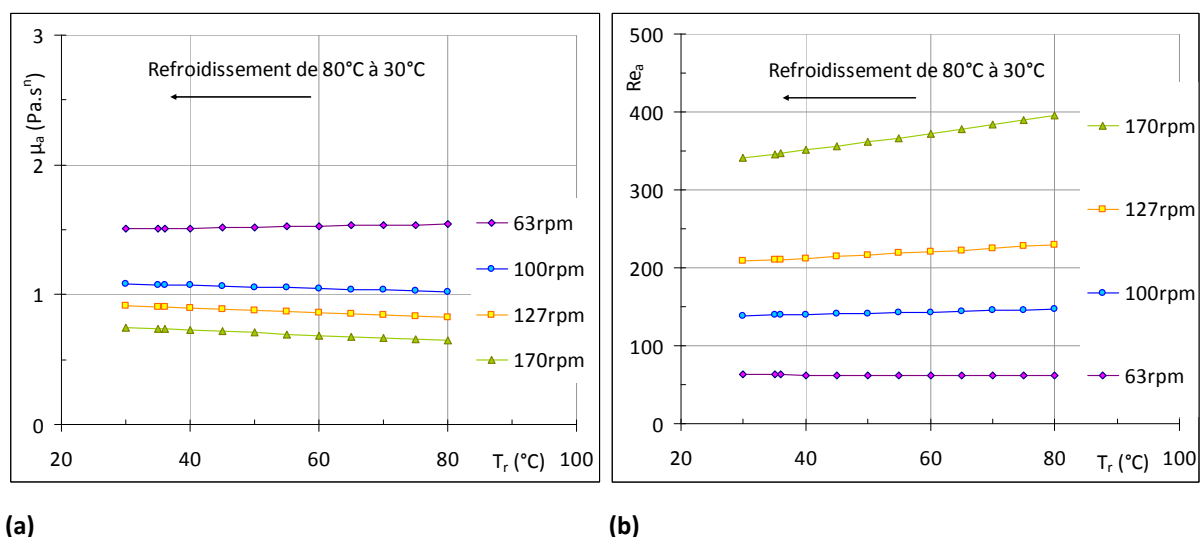


Figure IV- 11 : Evolution de la viscosité apparente (a) et du nombre de Reynolds apparent (b) au cours du refroidissement du Carbopol (2)

En comparaison avec le Glycérol, le régime d'écoulement pour le Carbopol est moins développé et varie peu avec la température. Le nombre de Reynolds apparent, fonction de la viscosité apparente, dépend des cisaillements moyens au sein de la cuve.

II.B.2. Energie dissipée et durée de refroidissement selon la vitesse d'agitation et la température finale de refroidissement

Sur la Figure IV- 12 et la Figure IV- 13, nous observons qu'une vitesse d'agitation $N \geq 127\text{rpm}$ n'a plus d'influence sur la durée de refroidissement, alors qu'une augmentation importante de la consommation énergétique est observée (le refroidissement à 170rpm consomme près de 50% de plus d'énergie comparé à $N = 127\text{rpm}$).

A partir des données pour $E = f(N)$, nous constatons que, parmi les trois vitesses testées, une valeur limite de la vitesse d'agitation est atteinte à 127rpm . Cette vitesse d'agitation est choisie comme « critique » pour le refroidissement en termes de consommation d'énergie et de durée de refroidissement.

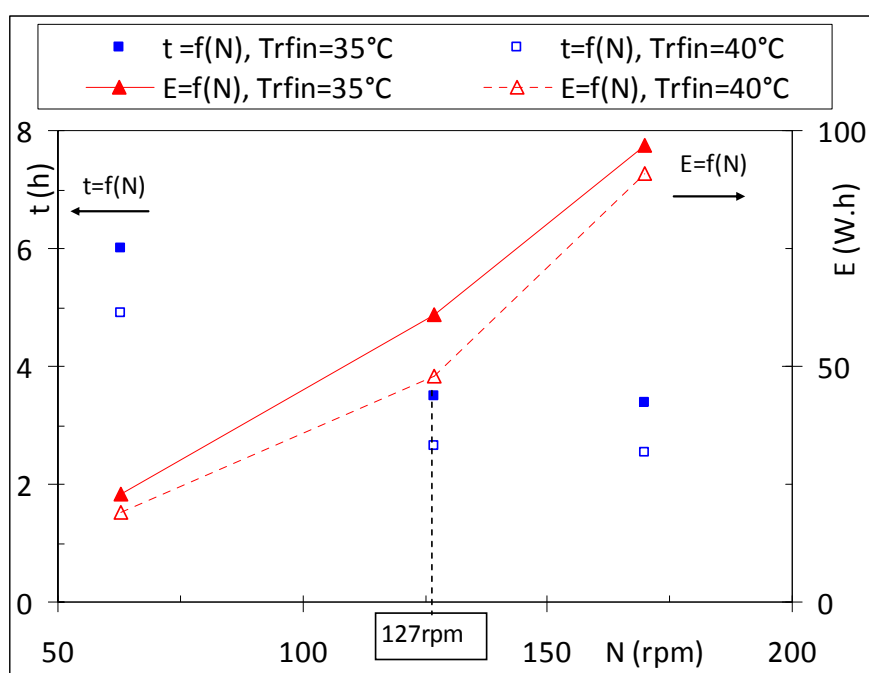


Figure IV- 12 : Energie dissipée et durée de refroidissement du Carbopol (1), $T_j = 25 \pm 2^\circ\text{C}$

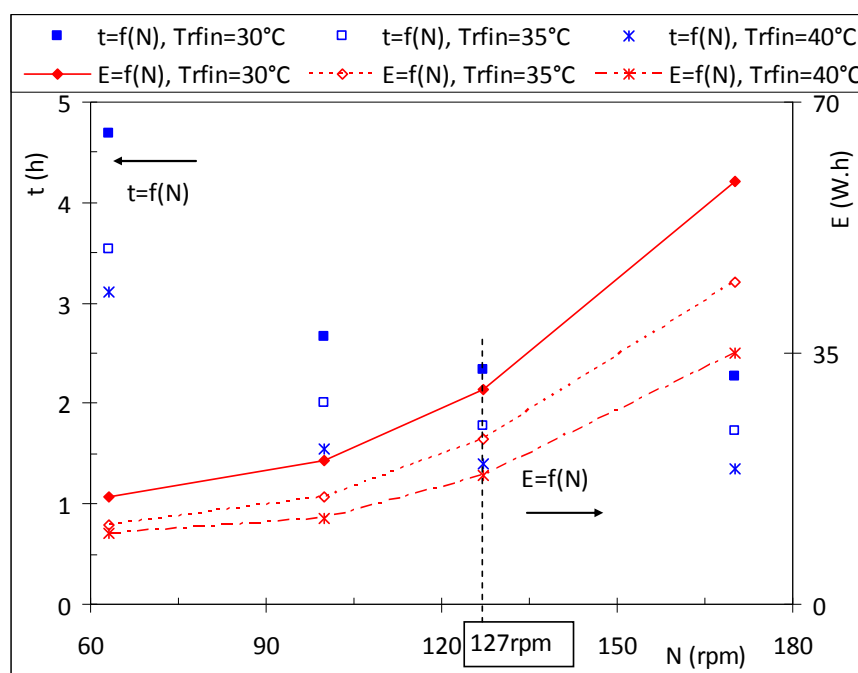


Figure IV- 13 : Energie dissipée et durée de refroidissement du Carbopol (2), $T_j = 20 \pm 1^\circ\text{C}$

Nous avons utilisé la même méthodologie pour comparer le coût énergétique et le temps nécessaire pour refroidir jusqu'à $T_{r\text{ fin}} = 30, 35$ et 40°C . Pour refroidir de 5°C de plus (de 40°C à 35°C), la consommation énergétique et la durée augmentent de 20-30% pour le Carbopol (1) (Figure IV- 12) et de l'ordre de 30% pour le Carbopol (2) (Figure IV- 13). Pour atteindre $T_{r\text{ fin}} = 30^\circ\text{C}$ l'énergie consommée et la durée sont quasiment 70% plus importantes que pour $T_{r\text{ fin}} = 40^\circ\text{C}$ (Carbopol (2) sur Figure IV- 13).

Pour les expériences de pilotage nous avons choisi la température finale de $T_{r\text{ fin}} = 35^\circ\text{C}$.

II.C. Dynamique de refroidissement selon la nature du fluide

Afin de montrer l'influence de la nature du fluide sur le refroidissement, nous présentons sur la Figure IV- 14 les données d'énergie consommée et de durée d'opération en fonction de la vitesse d'agitation, obtenues avec le Carbopol (1) et le Glycérol. La température finale $T_{r\text{ fin}} = 35^\circ\text{C}$.

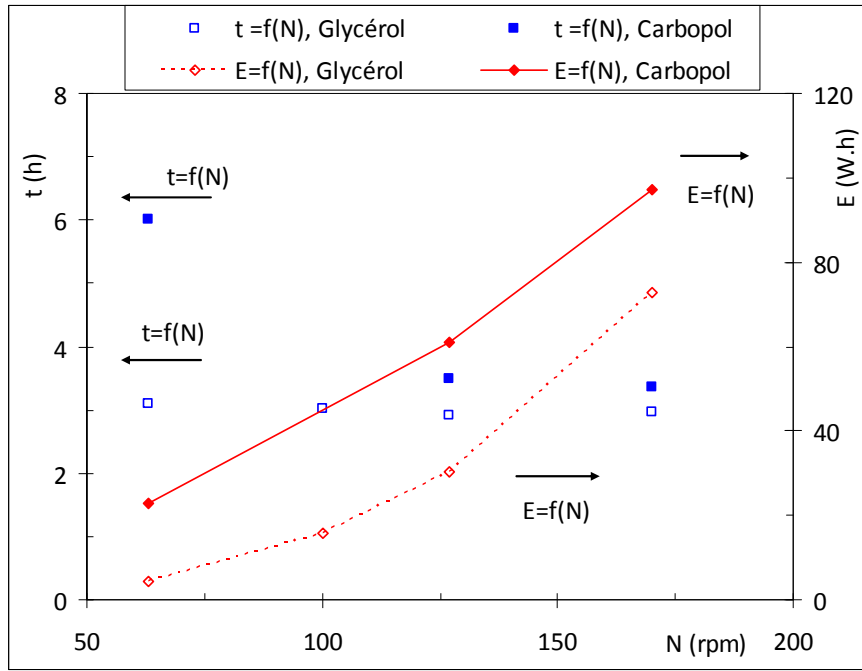


Figure IV- 14 : Energie consommée et durée de refroidissement du Carbopol (1) et du Glycérol, $T_j = 25 \pm 2^\circ\text{C}$, $T_{r\text{fin}} = 35^\circ\text{C}$

Les faibles cisaillements moyens au sein de la cuve ainsi que l'importante viscosité du Carbopol sont responsables des nombres de Reynolds beaucoup plus faibles que dans le cas du Glycérol (voir [Figure IV- 5](#) et [Figure IV- 10](#)). L'écoulement pour le Glycérol est plus développé, ce qui favorise le refroidissement et nous avons une plus courte durée et une consommation énergétique moins importante que pour le Carbopol.

II.D. Coefficient de transfert thermique global

Nous avons utilisé la même méthode de calcul du coefficient d'échange global que pour le réacteur RC1e (du [Chapitre III](#) de notre étude).

La [Table IV- 1](#) récapitule les valeurs des expériences à vitesse constante avec la durée de chaque refroidissement, les valeurs de la puissance dissipée par unité de volume maximale et minimale P/V (W/m^3) et de l'énergie consommée par l'agitateur E_{totale} (W.h), les valeurs moyennes du coefficient de transfert thermique global U_m ($\text{W}/\text{m}^2\text{K}$).

Fluide	N (rpm)	v (m/s)	t (h)	P/V_{\min} (W/m ³)	P/V_{\max} (W/m ³)	E_{totale} (W.h)	U_m (W/m ² .K)
Glycérol 50<Re<10000	15	0,2	4,14	0,30	1,01	0,12	38
	30	0,5	3,59	2,2	5,1	0,64	41
	<u>63</u>¹	1,0	3,11	20	33	4,3	48
	100	1,6	3,02	79	111	16	51
	127	2,0	2,91	161	212	30	51
	170	2,7	2,97	384	472	73	52
Carbopol (1) 40<Re_a<350	63	1,0	6,00	54	72	23	29
	<u>127</u>	2,0	3,50	219	261	61	55
	170	2,7	3,40	439	500	97	58
Carbopol (2) 61<Re_a<396	63	1,0	3,53	51	52	11	53
	100	1,6	2,00	125	128	15	86
	<u>127</u>	2,0	1,78	210	219	23	96
	170	2,7	1,73	424	442	45	98

Table IV- 1 : Récapitulatif des valeurs caractéristiques du transfert thermique, de la puissance, de l'énergie consommée et la durée des refroidissements à vitesse d'agitation constante ($T_{r \text{ fin}} = 35^\circ\text{C}$)

Il peut être observé que le coefficient d'échange global moyen U_m augmente avec la vitesse d'agitation, ainsi le transfert thermique est amélioré. Pour le Glycérol, une vitesse d'agitation plus importante que 63rpm ne mène pas à une augmentation du coefficient d'échange. Dans le cas du Carbopol, c'est à partir de 127rpm que le coefficient d'échange n'évolue plus. Donc, à la vitesse d'agitation supérieure à 63rpm (pour le Glycérol) et à 127rpm (pour le Carbopol) (correspondant aux deux vitesses d'agitation « critiques »), le transfert thermique n'est plus limité du côté fluide visqueux (voir [Figure IV- 15](#)).

¹ Les vitesses d'agitation soulignées représentent les vitesses d'agitation « critiques ».

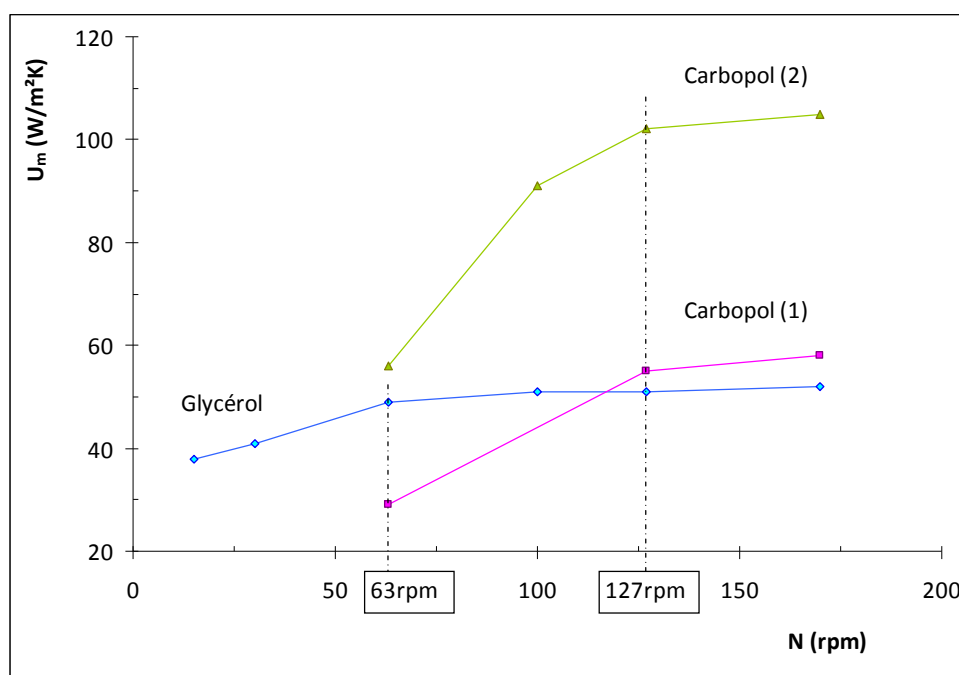


Figure IV- 15 : Influence de la vitesse d'agitation sur le coefficient d'échange global

Le comportement rhéologique des fluides influence la puissance dissipée (P/V). La viscosité des fluides augmente au cours du refroidissement (voir la [Figure IV- 5](#), [Figure IV- 10](#) et [Figure IV- 11](#)), et la puissance dissipée par unité de volume, étant fonction de cette viscosité, augmente aussi. Les courbes de l'évolution de la puissance dissipée, par unité de volume au cours du temps, sont présentées en [ANNEXES D](#). Pour donner un ordre de grandeur de ce paramètre, nous présentons la valeur minimale et la valeur maximale de P/V (W/m^3) sur la [Table IV- 1](#).

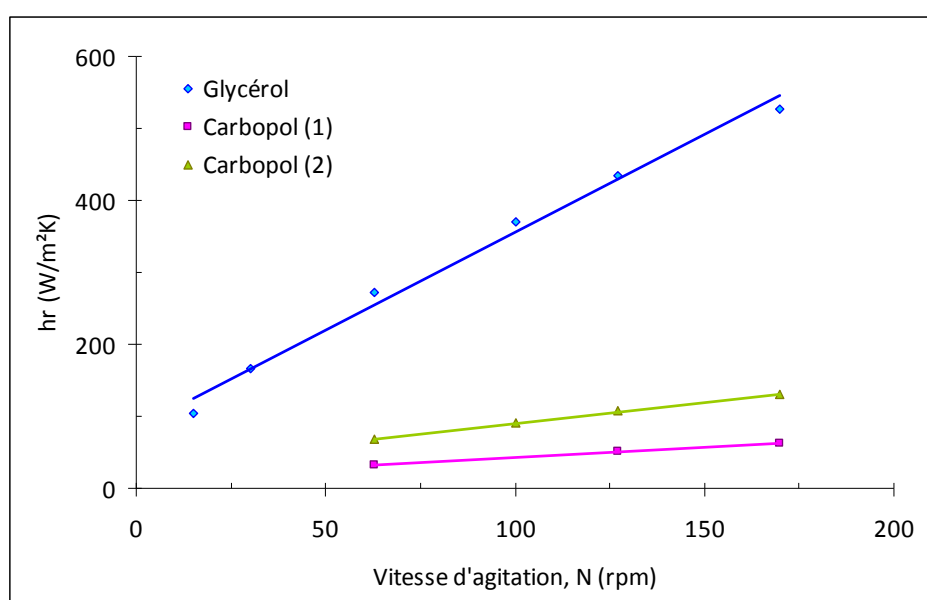
L'agitateur dissipe plus de puissance par unité de volume pour le refroidissement du Carbopol que pour du Glycérol. A $N = 63\text{rpm}$ les valeurs de puissance dissipée P/V pour le Carbopol (1) et (2) sont approximativement de deux fois supérieures à celles pour le Glycérol. La puissance consommée pour le Carbopol (1) est plus importante, à cause de sa plus importante viscosité, comparée à celle de Carbopol (2).

II.E. Coefficient d'échange local

Afin de déterminer le coefficient d'échange local côté fluide agité, nous avons appliqué la méthode graphique de Wilson (1915) (cf. Chapitre I).

Les résultats de l'application de la méthode graphique de Wilson et les corrélations obtenues sont présentés sur la [Table IV- 2](#). La variation du coefficient d'échange local côté fluide agité en fonction de la vitesse d'agitation est reportée sur la [Figure IV- 16](#).

Fluide	Corrélation pour U (W/m^2K)	Corrélation pour h_r (W/m^2K)
Glycérol	$U^{-1}=0,0038N^{-2/3}+0,0172$	$h_r=263N^{-2/3}$
Carbopol (1)	$U^{-1}=0,032N^{-2/3}+0,0011$	$h_r=31N^{-2/3}$
Carbopol (2)	$U^{-1}=0,0154N^{-2/3}+0,0014$	$h_r=65N^{-2/3}$

Table IV- 2: Corrélations obtenues à partir de la méthode de Wilson (avec la vitesse d'agitation N en tr/s)Figure IV- 16 : Evolution du coefficient d'échange local, h_r , côté fluide agité en fonction de la vitesse d'agitation pour les fluides (Glycérol et Carbopol (1) et (2))

III. Refroidissement à vitesse d'agitation variable

III.A. Méthodologie appliquées pour le choix des pilotages

Cette série d'expériences a été effectuée avec changement de la vitesse d'agitation durant le processus, encore nommé : pilotage. Le pilotage représente la programmation de la vitesse d'agitation et de sa variation au cours du temps et ce par paliers. Ainsi une première vitesse d'agitation N_1 (rpm) a été fixée au début du refroidissement (de $T_r = 80^\circ C$), pour un intervalle de temps t_1 (min). A la fin de ce t_1 (min), une deuxième vitesse N_2 (rpm) est fixée pour une durée t_2 (min) etc. La fin de la dernière étape du refroidissement correspond à la fin de l'expérience, $T_{r\text{ fin}} = 35^\circ C$, sa durée n'est pas déterminée en avance.

La durée de t_1 est choisie arbitrairement égale à 30-40% de la durée totale de l'expérience, à la vitesse d'agitation « critique » (comme dans le réacteur RC1e). Cette durée totale est de l'ordre de

~3- 3,5h (pour le refroidissement à $N = 63\text{rpm}$ pour le Glycérol et à $N = 127\text{rpm}$ pour le Carbopol). Pour faciliter la manipulation, t_1 a été choisie égale à 1h. Ensuite t_2 peut avoir soit la même durée que t_1 (1h), soit $1/2t_1$ (0,5h).

Une étude comparative entre les expériences sera réalisée, en termes d'énergie consommée et durée de refroidissement.

Comme nous avons déjà montré dans la première partie de ce chapitre, il existe des gradients de température au sein de la cuve De Dietrich. La différence de température entre les deux mesures de T_r et T_f change avec les conditions de fonctionnement. Plus la différence entre T_r et T_f est petite, plus la température dans la cuve est homogène. Un nombre de Reynolds critique a été défini en fonction de la valeur $(T_r - T_f)$ (voir équation IV-6). Nous avons supposé qu'au-dessous de la valeur critique de Reynolds, l'écoulement n'est pas entièrement développé et le liquide, au sein de la cuve, n'est pas bien homogénéisé (ainsi que sa température). Ce sont des critères relatifs, définis à la base des deux mesures de température au sein de la cuve.

La vitesse d'agitation « critique » est également le meilleur compromis entre le coût énergétique et la durée de refroidissement (voir Paragraphe II). Cette stratégie a été mise en œuvre pour la détermination de la vitesse d'agitation « critique », $N = 63\text{rpm}$, pour le Glycérol et $N = 127\text{rpm}$, pour le Carbopol. Au dessus de cette vitesse, nous n'observons plus d'influence de l'agitation sur le coefficient d'échange global (U_m).

III.B. Fluide Newtonien

Une vitesse d'agitation inférieure de 63rpm est acceptable, quand la température du fluide est encore élevée ($55 \leq T_r \leq 80^\circ\text{C}$), et sa viscosité est faible, ce qui permet d'avoir un nombre de Reynolds élevé (Figure IV- 5).

Il faut noter que la viscosité de Glycérol est très sensible à la température voir Figure IV- 5 (de 80°C à 30°C , la viscosité augmente avec un facteur 20 (de $\mu = 0,029\text{Pa.s}$ (à 80°C) à $\mu = 0,56\text{Pa.s}$ (à 30°C)). Une basse vitesse d'agitation, dans la partie finale de refroidissement, provoque une répartition moins bonne de la température dans la cuve et des gradients plus importants de température peuvent être créés (Uhl (1966) et Shamlou et al. (1986)).

Pour les pilotages, nous avons choisi de commencer le refroidissement à une vitesse plus faible et de terminer à 63rpm (les pilotages : $30\text{rpm}(1\text{h})$ - 63rpm , $30\text{rpm}(2\text{h})$ - 63rpm et $15\text{rpm}(1\text{h})$ - $30\text{rpm}(1\text{h})$ - 63rpm) (voir Table IV- 3).

Fluide	Nom du pilotage	N ₁ (rpm)	t ₁ (h)	N ₂ (rpm)	t ₂ (h)	N ₃ (rpm)	t ₃ (h)
Glycérol T _j = 25±2°C	30rpm(1h)-63rpm	30	1	63	Jusqu'à T _{r fin}	-	-
	63rpm(1h)-30rpm	63	1	30	Jusqu'à T _{r fin}	-	-
	30rpm(2h)-63rpm	30	2	63	Jusqu'à T _{r fin}	-	-
	15rpm(1h)-30rpm(1h)-63rpm	15	1	30	1	63	Jusqu'à T _{r fin}

Table IV- 3 : Récapitulatif des pilotages réalisés avec les vitesses d'agitation N_N et les durées t_N correspondantes (T_{r fin} = 35°C), pour le Glycérol

Dans le Chapitre consacré au RC1e, nous avons utilisé deux vitesses pour les pilotages : un pilotage commence à une vitesse importante et se termine à faible vitesse, pour le second pilotage, l'ordre des deux vitesses est inversé. En terme de comparaison des pilotages du RC1e, nous avons réalisé le pilotage de 63rpm(1h)-30rpm en complément du 30rpm(1h)-63rpm.

III.B.1. Comparaison des pilotages en terme d'énergie dissipée et de durée

N (rpm)	t (h)	surplus t	E _{totale} (W.h)	gain E
63	3,11	Référence	4,33	Référence
30rpm(1h)-63rpm	3,32	+7%	3,42	-21%
30rpm(2h)-63rpm	3,39	+9%	2,44	-44%
15rpm(1h)-30rpm(1h)-63rpm	3,49	+12%	2,38	-45%
63rpm(1h)-30rpm	3,39	+9%	1,73	-60%

Table IV- 4 : Energie dissipée et durée de refroidissement pour les pilotages, comparaison selon la vitesse d'agitation « critique » N = 63rpm pour le Glycérol, T_{r fin} = 35°C

Les expériences de pilotage ont été comparées en termes d'énergie consommée et le temps de refroidissement de l'expérience à N = 63rpm et récapitulées à la Table IV- 4. Pour toutes les expériences de pilotage la consommation énergétique est diminuée, comparée aux résultats à 63rpm.

Le pilotage 63rpm(1h)-30rpm a un coût énergétique réduit de 60%, cependant nous ne prenons pas en compte ce résultat, faute d'homogénéité thermique au sein de la cuve (par rapport au nombre de Reynolds critique, Re_{cr}). Il faut souligner tout de même que les critères d'homogénéisation dans ce cas ne sont pas respectés. Une vitesse d'agitation de N = 30rpm dans la deuxième partie du refroidissement, n'est pas suffisante pour assurer l'homogénéité thermique dans la cuve. Cependant

ce pilotage peut être intéressant (du point de vue énergétique) dans une autre application et pour un autre système (fluide/cuve agitée), où une faible vitesse d'agitation à la fin du refroidissement et l'homogénéité thermique ne présentent pas de contraintes primaires.

Le pilotage 30rpm(2h)-63rpm s'est avéré être le plus intéressant en terme de performance. La consommation en énergie diminue de 44 %, pour une augmentation non significative en temps de 9% (comparé au refroidissement à $N = 63\text{rpm}$). Les deux profils de température $T_r = f(t)$ restent tout de même très proches, comme la [Figure IV- 17](#) le représente.

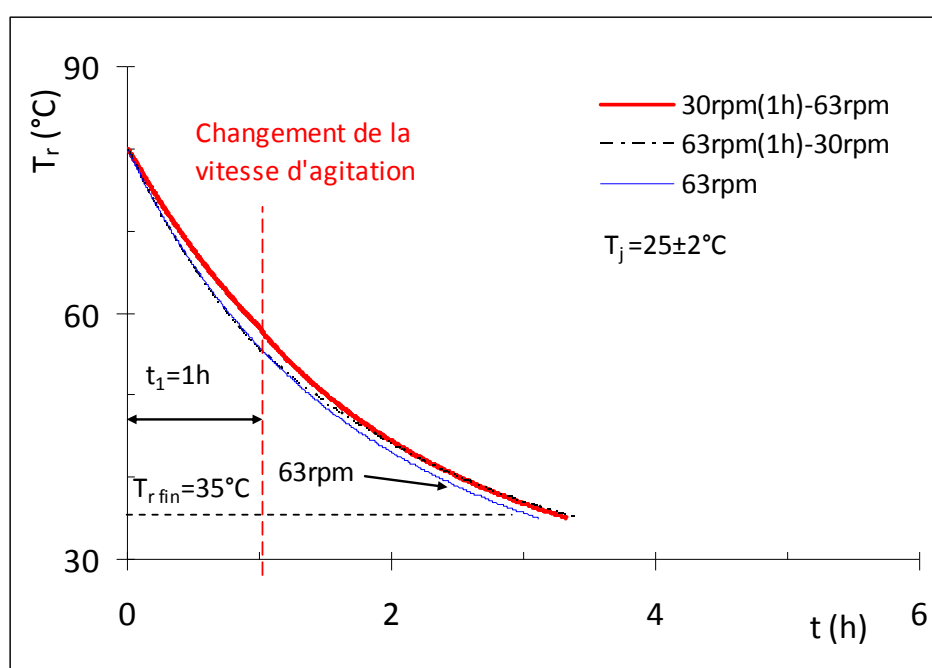


Figure IV- 17 : Pilotages : 30rpm(1h)-63rpm et 63rpm(1h)-30rpm

Le changement de la vitesse d'agitation ne modifie pas de façon sensible la courbe de refroidissement ([Figure IV- 17](#)). Ce qui se traduit par une modification très faible sur la durée de refroidissement (par rapport à la vitesse d'agitation constante $N = 63\text{rpm}$).

III.C. Fluide Non-Newtonien

Parmi les expériences avec le Carbopol, la vitesse d'agitation $N = 127\text{rpm}$ a été définie comme la vitesse d'agitation « critique » (Paragraphe II.B.).

Pour la première série d'expériences de Carbopol (1) ([Table IV- 5](#)), nous avons réalisé trois pilotages. Pour deux entre eux, nous avons utilisé les vitesses maximale et minimale : 63rpm(1h)-170rpm et

170rpm(1h)-63rpm. Un troisième pilotage est réalisé avec trois vitesses d'agitation : 63rpm(1h)-170rpm(0,5h)-127rpm. Cette troisième vitesse d'agitation, 127rpm, a été choisie afin d'éviter l'importante dissipation visqueuse à la fin du refroidissement.

Fluide	Nom du pilotage	N ₁ (rpm)	t ₁ (h)	N ₂ (rpm)	t ₂ (h)	N ₃ (rpm)	t ₃ (h)
Carbopol 0,1% (1) T _j = 25±2°C 3m ³ /h	63rpm(1h)-170rpm	63	1	170	Jusqu'à T _{r fin}	-	-
	170rpm(1h)-63rpm	170	1	63	Jusqu'à T _{r fin}	-	-
	63rpm(1h)-170rpm(0,5h)-127rpm	63	1	170	0,5	127	Jusqu'à T _{r fin}
Carbopol 0,1% (2) T _j = 20±1°C 5,4m ³ /h	127rpm(1h)-63rpm	127	1	63	Jusqu'à T _{r fin}	-	-
	63rpm(1h)-127rpm	63	1	127	Jusqu'à T _{r fin}	-	-
	100rpm(1h)-127rpm	100	1	127	Jusqu'à T _{r fin}	-	-
	127rpm(1h)-100rpm	127	1	100	Jusqu'à T _{r fin}	-	-
	63rpm(1h)-100rpm(0,5h)-127rpm	63	1	100	0,5	127	Jusqu'à T _{r fin}
	63rpm(1h)-127rpm(0,5h)-100rpm	63	1	127	0,5	100	Jusqu'à T _{r fin}

Table IV- 5 : Récapitulatif des pilotages réalisés avec les vitesses d'agitation N_N et les durées t_N correspondantes (T_{r fin} = 35°C) (Carbopol (1) et (2))

Pour la série d'expériences de Carbopol (2) (Table IV- 5), nous avons remplacé la vitesse d'agitation maximale 170 rpm avec 127rpm (étant donné que la durée de refroidissement est identique pour les deux vitesses et le coût énergétique est deux fois moins important (Figure IV- 13)).

Les pilotages à deux et trois vitesses sont décrits dans la Table IV- 5.

III.C.1. Comparaison des pilotages en terme d'énergie dissipée et de durée

Fluide	N (rpm)	t (h)	surplus t	E _{totale} (W.h)	gain E
Carbopol (1)	<u>127</u>¹	3,50	Référence	61	Référence
	63rpm(1h)-170rpm	3,50	0%	75	+23%
	170rpm(1h)-63rpm	4,72	+35%	47	-23%
	63rpm(1h)-170rpm(0,5h)-127rpm	3,62	+3%	52	-15%
Carbopol (2)	<u>127</u>	1,78	Référence	23	Référence
	127rpm(1h)-63rpm	2,67	+50%	19	-17%
	63rpm(1h)-127rpm	2,20	+24%	18	-22%
	100rpm(1h)-127rpm	1,92	+8%	14	-39%
	127rpm(1h)-100rpm	1,97	+11%	20	-13%
	63rpm(1h)-100rpm(0,5h)-127rpm	2,28	+28%	16	-30%
	63rpm(1h)-127rpm(0,5h)-100rpm	2,28	+28%	16	-30%

Table IV- 6 : Energie dissipée et durée de refroidissement pour les pilotages, comparaison selon la vitesse d'agitation « critique » N = 127rpm (Carbopol (1) et Carbopol (2)) (T_{r fin}=35°C)

La Figure IV- 18 illustre le pilotage à trois vitesses d'agitation du Carbopol (1), 63rpm(1h)-170rpm(0,5h)-127rpm. Au début du refroidissement, il s'agit d'un mauvais mélange dû à la faible vitesse d'agitation (au dessous des valeurs critiques d'agitation). Ce qui se traduit par l'existence de zones mortes et stagnantes, près de la paroi. Ces zones sont à une température plus basse qu'à la température au sein du fluide. Afin d'homogénéiser le volume total de la cuve, nous appliquons une vitesse maximale 170rpm. Sur la courbe, nous observons une diminution brusque de la température T_r. Cela s'explique par une meilleure homogénéisation, à cette vitesse d'agitation. Le volume stagnant à la paroi, de plus basse température, est entraîné dans le volume total du fluide. Enfin, nous appliquons une vitesse de 127rpm, afin de maintenir le bon mélange jusqu'à la fin du refroidissement, sans pour autant provoquer une dissipation visqueuse trop importante (comme à 170rpm). Il a été observé une diminution de la consommation énergétique, d'environ 15 %, comparée au refroidissement à N = 127rpm et près de deux fois moins que le refroidissement à 170rpm. Ce gain (de 15%) n'est pas significatif, et est dû à l'importante consommation énergétique à 170rpm. Cette vitesse d'agitation est évitée dans la série d'expériences avec Carbopol (2).

¹ Les vitesses d'agitation soulignées représentent les vitesses d'agitation « critiques ».

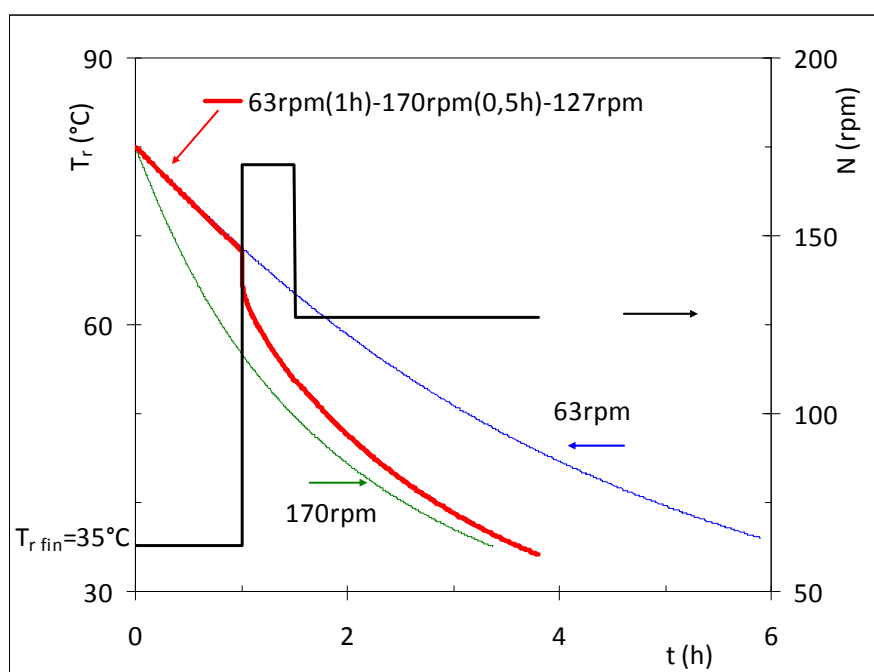


Figure IV- 18 : Profils de température, $N = 63\text{rpm}$ et $N = 170\text{rpm}$, pilotage 63rpm(1h)-170rpm(0,5h)-127rpm (Carbopol (1))

Sur la [Figure IV- 19](#) nous présentons les deux profils de pilotages 127rpm(1h)-63rpm et 63rpm(1h)-127rpm avec du Carbopol (2). Parmi les pilotages réalisés avec le Carbopol (2), ces deux profils montrent le mieux l'effet du changement de la vitesse d'agitation au cours du temps.

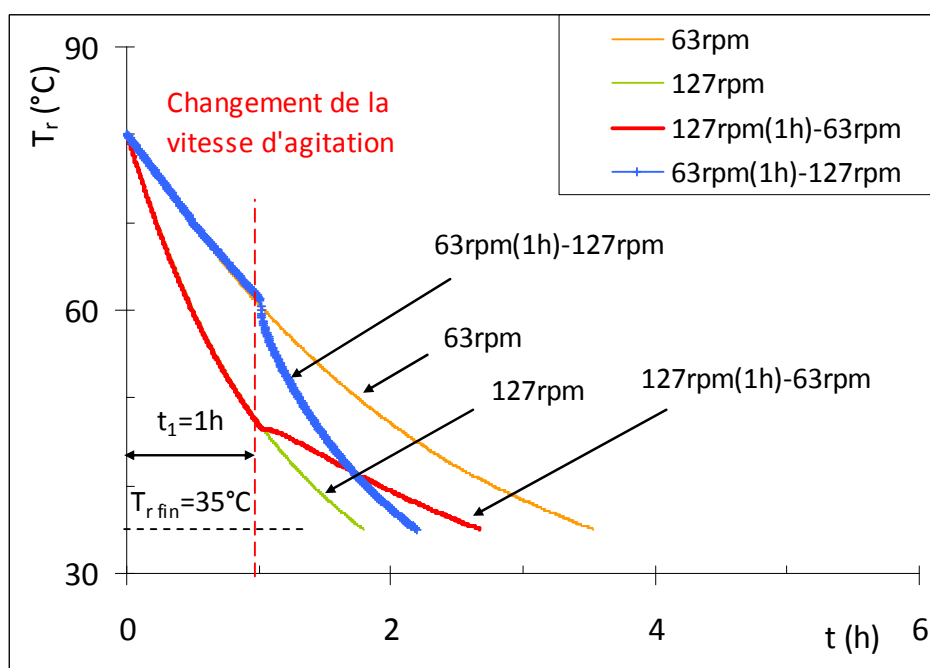


Figure IV- 19 : Profils de température pour les pilotages : 127(1h)-63rpm et 63(1h)-127rpm pour Carbopol (2)

$N_1 = 63\text{rpm}$ est une faible vitesse d'agitation et il existe un mauvais mélange. De plus, le mobile Optifoil assure un mouvement descendant (et n'est pas un agitateur de proximité pour pouvoir renouveler le fluide à la paroi). Ainsi à basse vitesse d'agitation, une quantité de fluide reste stagnante à la paroi et est à une température plus basse. Avec l'augmentation de la vitesse d'agitation à $N_2 = 127\text{rpm}$ (dans le cas $63\text{rpm}(1\text{h})$ - 127rpm), les boucles de circulation entraînent le fluide froid dans l'ensemble de fluide dans la cuve et nous observons une chute brusque de la température T_r , le mélange est plus efficace. Dans le cas contraire, $127\text{rpm}(1\text{h})$ - 63rpm , au changement de la vitesse d'agitation à $N_2 = 63\text{rpm}$ (après 1h d'agitation à $N_1 = 127\text{rpm}$), nous observons un changement de la pente $T_r = f(t)$ correspondant à une diminution de la vitesse de refroidissement (un mauvais mélange jusqu'à la fin du refroidissement).

Parmi les pilotages avec Carbopol (2) le plus intéressant est : $100\text{rpm}(1\text{h})$ - 127rpm . L'énergie consommée est de 39% moindre et l'augmentation de la durée est non significative (8%), comparée au refroidissement à 127rpm (la vitesse « critique »). Dans ce pilotage nous avons appliqué la même méthode comme pour le Carbopol (1) : au début du refroidissement agiter à une vitesse inférieure que la vitesse d'agitation « critique ». Ainsi en seulement $t_1 = 1\text{h}$, à une agitation de $N_1 = 100\text{rpm}$, le pilotage gagne 39% en consommation énergétique.

IV. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons réalisé des expériences de refroidissement à vitesse d'agitation constante et variable pour une large gamme de Reynolds en régime laminaire et transitoire. Nous avons étudié :

- L'influence de la vitesse d'agitation constante et variable sur le refroidissement
- Une comparaison entre le coût énergétique et la durée de refroidissement
- L'effet du comportement rhéologique du fluide

Nous avons défini une corrélation du Reynolds critique pour répondre aux critères d'homogénéisation thermique au sein de la cuve (en prenant en compte les valeurs des températures mesurées, T_r et T_f). Il a été montré que le refroidissement à vitesse maximale d'agitation correspond à un coût énergétique très important et une opération ralentie suite à l'importante dissipation visqueuse par l'agitateur.

Ensuite une vitesse d'agitation « critique » a été déterminée correspondant aux conditions où :

- Le nombre de Reynolds est au-dessus ou égal à la valeur critique de Re_{cr} tout au long du refroidissement ;
- Cette vitesse d'agitation est le meilleur compromis entre le coût énergétique et la durée de refroidissement (voir paragraphe II.A.2) ;
- Au dessus de cette vitesse d'agitation le coefficient d'échange global (U_m) n'évolue plus.

Pour le Glycérol, la vitesse d'agitation « critique » est de 63rpm et 127rpm, pour le Carbopol.

Dans ce chapitre nous avons montré que le changement de la vitesse d'agitation (le pilotage) durant l'étape de refroidissement à échelle pilote est efficace et confirme les études à l'échelle laboratoire (Chapitre III), ceci en terme de durée de refroidissement et/ou de consommation d'énergie comparée à un refroidissement à vitesse d'agitation constante (la vitesse d'agitation « critique »).

La variation de la vitesse d'agitation au cours du refroidissement change significativement le profil de température du fluide Non-Newtonien et influence ainsi la durée de refroidissement. Le profil de température du fluide Newtonien est très peu influencé par le changement de la vitesse d'agitation.

Il existe de nombreuses combinaisons de pilotage de la vitesse d'agitation. La configuration retenue dans cette étude est choisie en tenant compte des critères d'homogénéité thermique et massique. Ainsi le pilotage choisi est celui qui démarre à plus basse vitesse (que la vitesse d'agitation « critique ») afin de diminuer le coût énergétique et qui termine à la vitesse d'agitation « critique » assurant ainsi un mélange plus efficace.

Cette nouvelle approche implique quelques modifications techniques particulièrement l'ajout d'un variateur de vitesse sur une installation industrielle et des changements du protocole d'opération. Les meilleures conditions de vitesse d'agitation doivent être définies en fonction de la demande de l'industriel selon ses critères, de temps ou/et de coût énergétique. Souvent un compromis entre les critères devra être fait.

CHAPITRE V

REFROIDISSEMENT DE FLUIDES COMPLEXES EN MELANGEURS STATIQUES





L'utilisation des mélangeurs statiques peut significativement améliorer le transfert thermique, menant à une réduction de taille d'échangeur thermique et à une possible réduction des dépenses d'exploitation. Le mélangeur statique promeut potentiellement le mélange du liquide, renouvelle le fluide à la paroi et améliore ainsi l'efficacité du transfert thermique par convection.

Bien que les mélangeurs statiques offrent ces caractéristiques intéressantes pour le mélange, et pour les opérations liées au transfert thermique, comparées à celles de tubes lisses, leur utilisation exige une certaine quantité d'énergie. Donc, il est nécessaire de pouvoir prévoir la perte de charge pour le régime d'écoulement qui correspond à l'opération.

Des modèles de pertes de charge ont été établis pour deux géométries étudiées de mélangeurs statiques (SMXL-E et SMXL-B, présentés dans le [Chapitre II](#)) et l'influence de la nature du fluide est observée.

Dans la deuxième partie du chapitre nous caractérisons les performances thermiques des deux mélangeurs statiques. L'étude du coefficient de transfert thermique global et la comparaison des deux géométries en termes de facteur d'intensification sont aussi présentées.

Ensuite un bilan énergétique des expériences de refroidissement est réalisé dans le but d'effectuer une analyse comparative de l'efficacité thermique couplée à l'énergie dissipée durant l'expérience. Nous faisons intervenir ici le facteur de performance thermique $h_p/\Delta p$.

I. Caractérisation des pertes de charge du système

I.A. Modélisation des pertes de charge

Les pertes de charge sont un paramètre clé pour la caractérisation des appareils.

Dans cette partie les résultats de l'étude des pertes de charge obtenus respectivement pour le tube lisse et les mélangeurs SMXL-E et SMXL-B sont présentés en termes de facteur de friction f (ou nombre de Newton, Ne) en fonction de nombre de Reynolds $f = f(Re)$ (voir [Chapitre I, paragraphe III.B.](#)).

Toutes les expériences dans cette partie sont réalisées en régime laminaire et les modèles de perte de charge sont établis sous la forme :

$$f Re = C_1$$

V- 1

Il est nécessaire de déterminer la vitesse de cisaillement moyen au niveau du mélangeur ([équation I-27](#)) pour ensuite pouvoir évaluer la viscosité apparente ([équation I-8](#)) intervenant dans le nombre de Reynolds ([équation I-22](#)). Le facteur de friction est calculé avec l'[équation I-20](#).

Sur le graphique (cf. [Figure V- 1](#)) nous présentons l'évolution du facteur de friction avec le nombre de Reynolds pour le tube lisse dans cette étude en comparaison avec le modèle de la littérature (Hagen-Poiseuille).

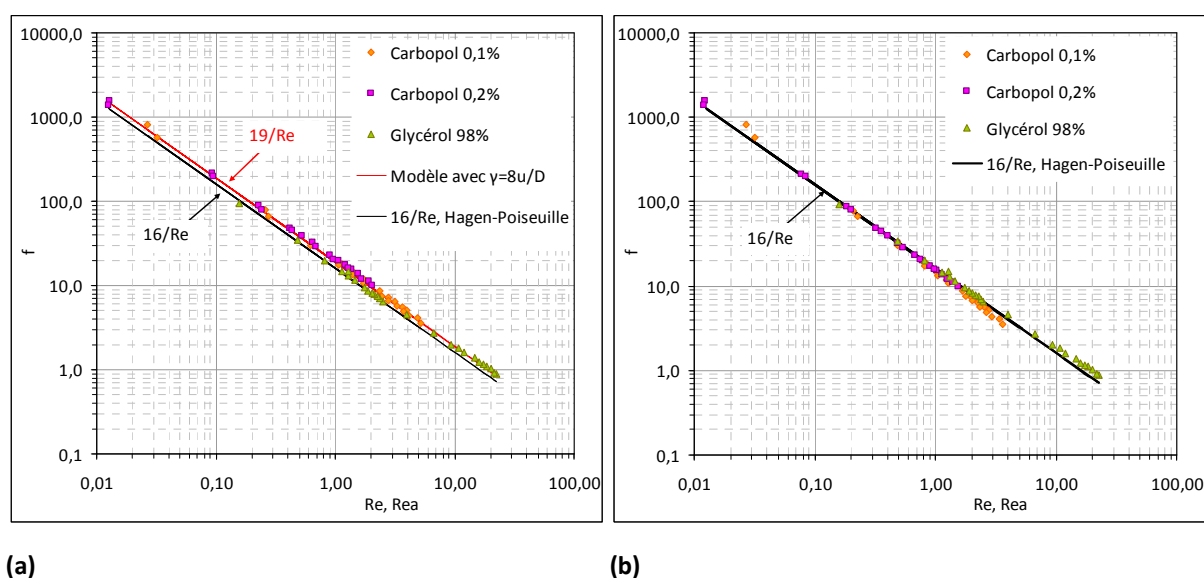


Figure V- 1 : Présentation du facteur de friction, f en fonction du nombre de Reynolds en tube lisse : (a) avec la prise en compte d'un taux de cisaillement moyen ([ég I-27](#)); (b) avec la prise en compte d'un taux de cisaillement pariétal ([ég. I-28](#))

Sur la [Figure V- 1 \(a\)](#), nous observons que le modèle établi est légèrement au-dessus du modèle de la littérature pour le tube lisse en régime laminaire (Modèle de Hagen-Poiseuille (cf. Bird et al (1924)). Cette différence pourrait être due à la présence de capteurs à l'entrée et sortie de l'installation qui crée des pertes de charge singulières, mais aussi à une mauvaise prise en compte du taux de cisaillement pariétal. Nous avons, ainsi, vérifié cette valeur en utilisant le taux de cisaillement pariétal de l'équation I-28 (Delaplace et al. (2008) (cf. [Figure V- 1 \(b\)](#)). Le modèle établi ($f=16,2/Re$) coïncide avec celui de Hagen-Poiseuille. Cela démontre l'importance de la prise en compte du taux de cisaillement pariétal dans le cas d'une utilisation des fluides Herschel-Bulkley dans les tubes lisses. La valeur de ces pertes de charge est négligeable devant les pertes de charge générées par le mélangeur statique.

Dans la suite nous présenterons les modèles de pertes de charge en mélangeur statique. Ils sont établis en prenant en compte le comportement rhéologique complexe des fluides. L'effet de la viscoplasticité sur la perte de charge est également observé dans les études de Langer et al. (1987), Liu et al. (2006) et Wilkinson et al. (1977).

La valeur de K_γ ([Chapitre I, III.B](#)) est en fonction de la géométrie du mélangeur et est comprise entre 20 et 50 (Streiff 1999).

Le constructeur Sulzer définit une constante K_γ égale à 22 pour le mélangeur SMXL-B et pour le type SMXL-E, K_γ est égale à 39 (voir [Table V- 1](#)).

L'ensemble des valeurs de K_γ trouvées dans la littérature sont résumées dans la [Table V- 1](#).

Les valeurs de K_γ citées jusqu'ici dépendent seulement des caractéristiques géométriques du mélangeur et non de la nature du fluide. Ainsi afin de montrer l'influence de la nature Non-Newtonienne du fluide sur K_γ , nous avons déterminé sa valeur de manière purement expérimentale. Pour ce faire le concept de Metzner et Otto (1957), (appliqué couramment en cuve agitée), a été mis œuvre. Nous détaillons ci-dessous les étapes de cette étude :

1) Pour les mélangeurs statiques étudiés, la courbe de facteur de friction en fonction du nombre de Reynolds $f=f(Re)$ est établie pour le fluide Newtonien à l'aide de mesures de la perte de charge pour la gamme de débit étudiée (cf. [Figure V- 2](#)). Nous obtenons $f=254/Re$ (SMXL-E) et $f=126/Re$ (SMXL-B).

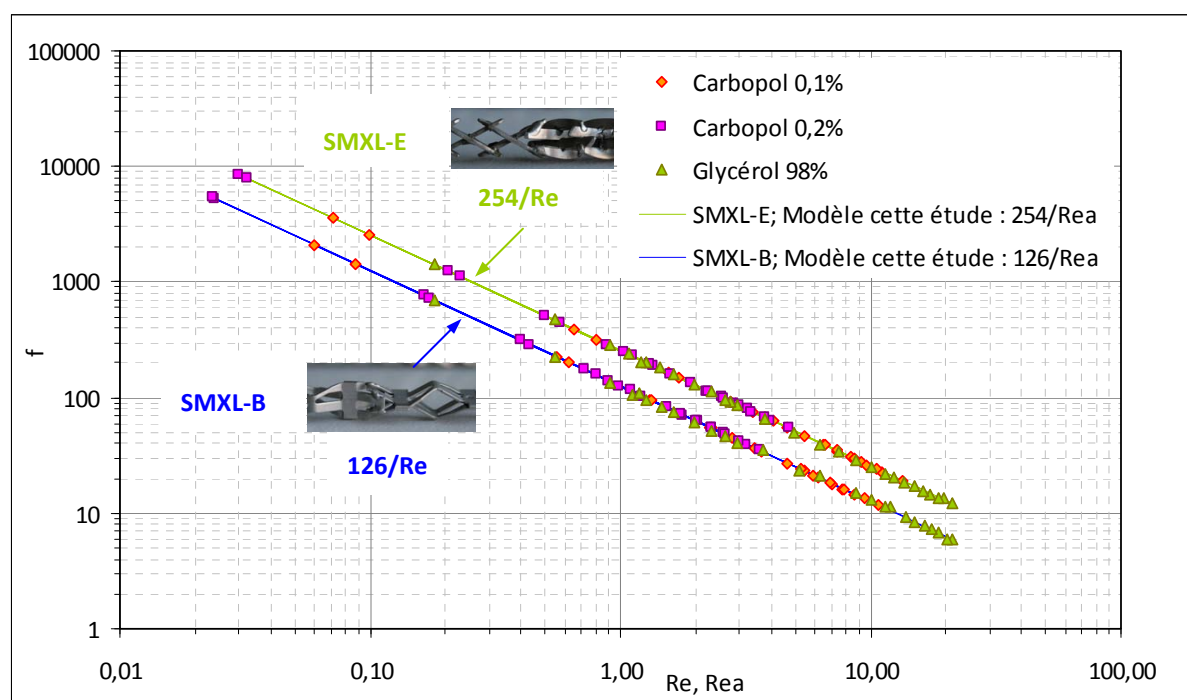


Figure V- 2 : Présentation du facteur de friction en fonction du nombre de Reynolds pour SMXL-E et SMXL-B

2) Ensuite pour une vitesse de fluide, u_0 , nous mesurons la perte de charge engendrée dans le cas des fluides Non-Newtoniens. Cette mesure nous permet de calculer le facteur de friction, quelles que soient les propriétés rhéologiques du fluide, permettant ainsi de calculer le nombre de Reynolds apparent Re_a grâce à la courbe de $f=f(Re)$ de fluide Newtonien, déterminée à l'étape 1. C'est cette étape qui correspond véritablement au concept de Metzner et Otto (1957) ;

3) On déduit, de ce nombre de Reynolds apparent Re_a la viscosité représentative du fluide μ_a ;

4) La viscosité apparente μ_a sert à déterminer, à l'aide des données obtenues des analyses rhéologiques (Chapitre II), le taux de cisaillement équivalent ;

5) La dernière étape consiste alors à suivre l'évolution du cisaillement moyen avec la vitesse du fluide, et de déterminer le paramètre K_γ .

Remarque : nous n'avons pas observé de variation de K_γ avec la température (gamme de température de 20 à 50°C).

Les indices de comportement de Carbopol 0,1% et de 0,2% sont très proches (0,44 et 0,4). Ainsi pour le même mélangeur statique les valeurs obtenues de K_γ sont aussi proches. K_γ croît avec l'augmentation de l'indice de comportement.

Afin de pouvoir corrélérer cette dépendance, une étude prenant en compte une plus large gamme d'indice de comportement devrait être réalisée. A cet instant, nous pouvons juste observer une tendance, et les données expérimentales sont insuffisantes pour établir une corrélation mathématique.

La Table V- 1 montre les valeurs calculées en utilisant les données géométriques des mélangeurs :

Mélangeur	D_t (m)	ε	Source	Méthode	K_γ
SMXL-E 	0,01	0,88	Constructeur Sulzer	Simulations CFD	39
			Cette étude (Carbopol 0,1%)	Méthode modifiée de Metzner et Otto (1957)	30
			Cette étude (Carbopol 0,2%)	Méthode modifiée de Metzner et Otto (1957)	29
			Constructeur Sulzer	Simulations CFD	22
SMXL-B 	0,01	0,9	Cette étude (Carbopol 0,1%)	Méthode modifiée de Metzner et Otto (1957)	22
			Cette étude (Carbopol 0,2%)	Méthode modifiée de Metzner et Otto (1957)	20
			Constructeur Sulzer	Fourni par le constructeur	28
SMXL-E	0,02	0,91	Fleury (1993)	Corrélation de Langer et al. (1987) (équation I-28)	30
SMX 	0,05		Streiff et al. (1999)	Corrélation de Langer et al. (1987)	64
			Streiff et al. (1999)	Corrélation de Langer et al. (1987)	28
KMS 	0,05		Streiff et al. (1999)	Corrélation de Langer et al. (1987)	28

Table V- 1 : Valeurs de la constante K_γ . Comparaison avec les données de la littérature

La différence des valeurs de K_γ (de 28 à 39 pour le SMXL-E et de 20 à 22 pour le SMXL-B) traduit leur différence de géométrie : le mélangeur SMXL-E présente une structure plus fermée que celle du type SMXL-B, où les bandes laissent un grand espace libre.

La constante K_γ pour le mélangeur SMXL-B est en bon accord avec celles données par Streiff et al. (1999) et Fleury (1993).

Les gammes de perte de charge obtenues pour chaque fluide dans toutes les conditions opératoires sont présentées dans la Table V- 2. Nous y exposons aussi les valeurs estimées pour le cisaillement moyen ($\dot{\gamma}$) au sein du mélangeur statique et en tube lisse.

Le cisaillement moyen, ($\dot{\gamma}$), est calculé à partir du nombre de Re_a et puis de la viscosité apparente μ_a .

Fluide	Géométrie	M (kg/h)	Δp (bar)	Re ; Re_a	$Re_h ; Re_{a,h}^1$	$\dot{\gamma}$ (s^{-1})
Carbopol 0,1%	SMXL-E	2,7-52	0,5-1,6	0,1-13	0,04-6,1	30-560
	SMXL-B		0,3-0,9	0,07-11	0,03-5,9	20-410
	Tube lisse		0,12-0,23	0,03-5,2	—	8-150
Carbopol 0,2%	SMXL-E	3-53	1,4-4,1	0,05-5,2	0,02-2,5	30-550
	SMXL-B		1,0-2,6	0,04-4,0	0,02-2,1	20-380
	Tube lisse		0,3-0,8	0,01-2,0	—	8-150
Glycérol 98%	SMXL-E	3,6-64	0,06-7,2	0,2-21	0,09-10	8-150
	SMXL-B		0,03-3,5	0,2-21	0,3-12	8-150
	Tube lisse		0,004-0,48	0,16-22	—	8-150

Table V- 2 : Récapitulatif des résultats expérimentaux pour l'étude des pertes de charges

I.B. Comparaison des modèles de pertes de charge avec ceux de la littérature

Cette comparaison est réalisée à partir de corrélations établies à partir du facteur de friction et du nombre de Reynolds exprimés en termes de vitesse en fût vide u_0 et du diamètre du mélangeur statique D_t .

¹ Re_h et $Re_{a,h}$ sont les nombres de Reynolds calculés en prenant compte du diamètre hydraulique et de la porosité correspondante à chaque mélangeur statique.

I.B.1. Comparaison avec les corrélations de SULZER

Nous comparons nos résultats expérimentaux avec les données fournies par le constructeur Sulzer.

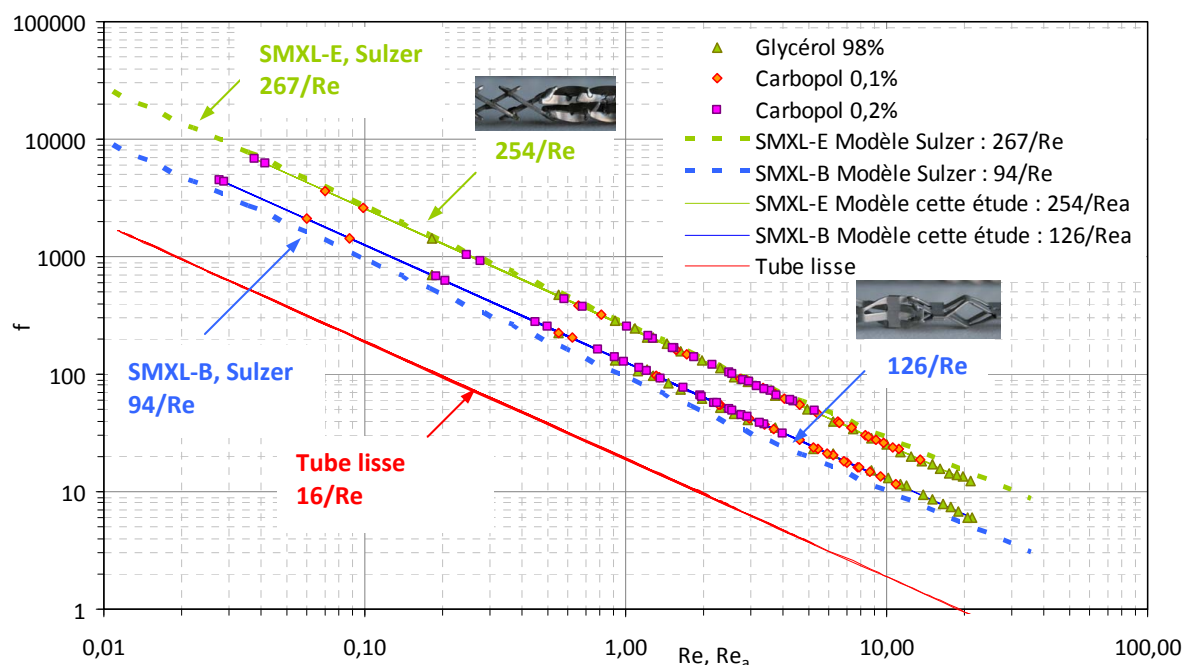


Figure V- 3 : Comparaison des modèles de cette étude avec ceux de Sulzer

Nous observons que le modèle de perte de charge pour le mélangeur SMXL-E correspond bien à la corrélation fournie par le constructeur (respectivement 254/Re et 267/Re). Le modèle établi pour le mélangeur SMXL-B correspond à des valeurs de pertes de charge approximativement de 30% plus importantes que celles prévues par SULZER (respectivement 126/Re et 94/Re). Nos résultats montrent que les mélangeurs SMXL-B génèrent deux fois moins de pertes de charge que ceux de type SMXL-E (coefficient 3 d'après les valeurs de SULZER)

I.B.2. Comparaison des modèles de perte de charge avec ceux de la littérature

Le graphique ci-dessous compare les modèles de pertes de charge établis dans le cadre de cette étude avec les travaux d'autres auteurs. Notons que cette étude rapporte sur des mélangeurs statiques de différents diamètres, il est donc probable qu'ils ne soient pas en stricte similitude géométrique interne.

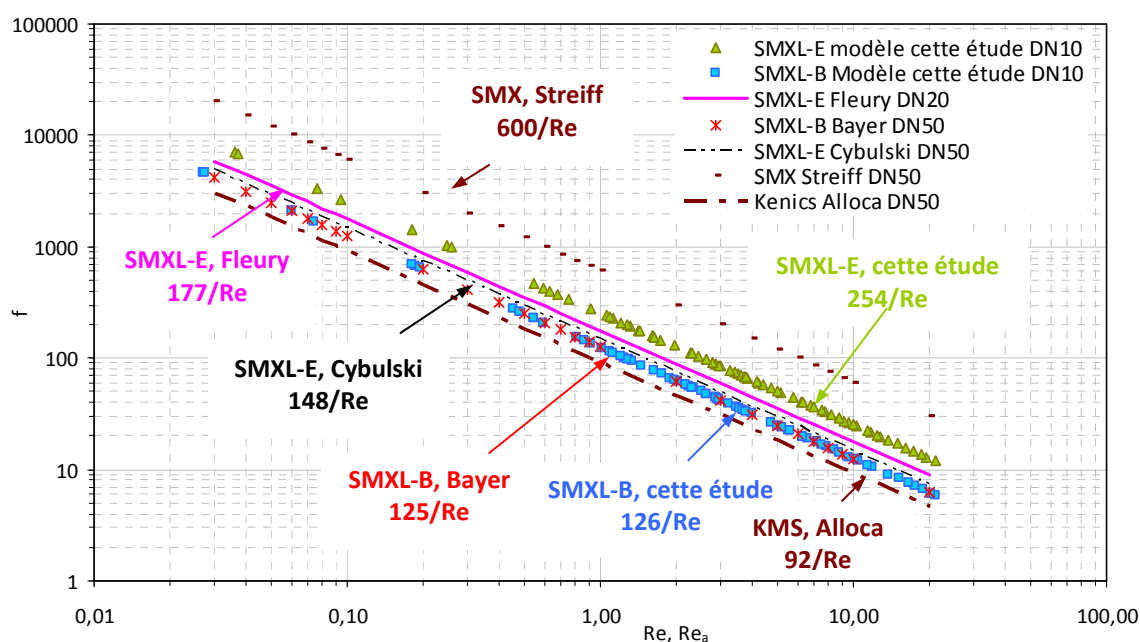


Figure V- 4 : Facteur de friction via nombre de Reynolds. Modèles de perte de charge des mélangeurs statiques étudiés dans le cadre de nos travaux et des modèles trouvés dans la littérature

Fleury (1993) a travaillé avec un diamètre de tube DN20 (diamètre nominal, $DN=D_t$). Tous les autres auteurs consultés ont travaillé avec un diamètre de tube de DN50 (Streiff et al. 1999, Bayer et al. 2003, Bohnet et al. (1990)).

Pour comparer les performances hydrauliques des mélangeurs SMXL-E avec celles d'autres mélangeurs statiques, nous avons tracé également le modèle de pertes de charges pour un SMX Sulzer (Streiff 1999). Cette comparaison est réalisée dans la mesure où les SMXL-E sont des SMX modifiés (allongés), où la lettre « L » est l'abréviation de « longue ». Les SMXL sont conçus afin de diminuer l'importante perte de charge générée par les barres moins espacées du mélangeur SMX (voir la figure de SMX dans la [Table V- 1](#)). Sur la [Figure V- 4](#) nous observons que c'est notamment le mélangeur SMX qui génère le plus de pertes de charge.

Le modèle de pertes de charge pour les mélangeurs SMXL-B Bayer est très proche du modèle de cette étude. Ce type de mélangeur est conçu pour générer une plus faible perte de charge (en comparaison avec SMXL-E et les SMX). Ceci est dû à la géométrie plus aérée des barres (de SMXL-B). Ces dernières représentent un obstacle moins important pour la circulation du fluide et ainsi génèrent une plus faible perte de charge. En comparaison de tous les mélangeurs de type SMXL, le mélangeur SMXL-E génère le plus de pertes de charge. Cependant sa structure de barres beaucoup

plus resserrées (que SMXL-B), permet de travailler dans des gammes de cisaillement moyen plus importantes et ainsi de favoriser le mélange.

Les valeurs de coefficient C_1 obtenues pour les deux mélangeurs testés dans le cadre de notre étude et par certains auteurs sont compilées dans la Table V- 3.

Auteurs	Type de mélangeur	Diamètre de tube D_t (m)	Coefficient de pression Z^*	Constante $C_1=f.Re$	Gamme de Reynolds
Cette étude	SMXL-B	0,01	6,9	126	$Re \leq 20$
Cette étude	SMXL-E	0,01	14,1	254	$Re \leq 20$
Fleury (1993)	SMXL-E	0,02	—	177	$Re \leq 20$
Cybulski et al. (1986)	SMXL-E	0,05	9,2	148	—
Streiff et al. (1999)	SMXL-E	0,05	7,8	125	$Re_h \leq 20$
Streiff et al. (1999)	SMX	0,05	37,5	600	—
Alloca (1999)	KMS	0,05	7	92	—

Table V- 3 : Modèles de perte de charge et coefficients de pression Z (en régime d'écoulement laminaire) des mélangeurs statiques étudiés dans le cadre nos travaux et de la littérature

* Z est le coefficient de pression et représente le rapport des pertes de charge en mélangeur statique et en tube lisse pour la même vitesse de fluide dans un tube de même diamètre (D_t) et de même longueur (L). Ainsi en régime laminaire nous avons :

$$Z = \frac{\Delta p_{MS}}{\Delta p_{TL}} = \frac{(Ne Re)_{MS}}{(Ne Re)_{TL}} = \frac{(f)_{MS} Re}{(C_1)_{TL}} \quad \text{ou bien} \quad Z = \frac{(C_1)_{MS}}{(C_1)_{TL}} \quad \text{V- 2, V- 3}$$

Le coefficient de pression Z met en évidence l'influence des «internes» dans un tube sur les pertes de charges.

Les valeurs de Z illustrées dans ce tableau (Table V- 3) montrent que la présence de mélangeurs statiques dans un tube provoque des modifications sensibles en termes de pertes de charges.

Il est aussi facile avec ce coefficient Z de classer les mélangeurs statiques, en fonction de leur perte de charge par rapport au tube lisse. Le mélangeur de type SMX présente 37 fois plus de perte de charge que le tube lisse, ce qui en fait la géométrie la plus perturbatrice dans ce tableau. Les valeurs

de Z des mélangeurs SMXL-E et SMXL-B sont plus faibles mais toujours avec un coefficient 2 entre eux.

II. Caractérisation des performances thermiques

Nous présentons une analyse détaillée des performances thermiques des deux types de mélangeurs statiques.

Les fluides utilisés dans cette partie sont les mêmes que dans la première partie de ce chapitre. La méthodologie expérimentale mise en place est décrite dans la partie Matériel et méthode (cf. Chapitre II).

II.A. Coefficient de transfert de chaleur global

Nous présentons ici les résultats expérimentaux des caractérisations thermiques concernant l'évolution des coefficients de transfert de chaleur globaux en fonction des débits côté « procédé » mais également côté « utilité ».

Comme détaillé dans le chapitre Matériel et méthode (cf. Chapitre II) la mesure de la température sur notre banc d'essais est réalisée en entrée et sortie du mélangeur (côté « procédé » et côté « utilité »). Pour les distinguer par la suite « p » en indice représentera les caractéristiques du fluide procédé et « u » en indice représentera les caractéristiques du fluide utilité. Ainsi T_{pE} et T_{pS} est respectivement la température du fluide procédé en entrée et en sortie, et T_{uE} et T_{uS} – la température du fluide utilité en entrée et en sortie du mélangeur.

A partir de la différence de température, le flux de chaleur, Q , est facilement évalué (du côté « procédé » et côté « utilité ») :

$$Q_{SMXL} = \dot{M}_p . Cp_p (T_{pS} - T_{pE}) \quad \text{V- 4}$$

Où : Q est le flux de chaleur en W

\dot{M} est le débit massique en kg/s

Cp est la capacité calorifique du fluide en J/kgK

Et pour le fluide utilité :

$$Q_u = \dot{M}_u . Cp_u (T_{uS} - T_{uE}) \quad \text{V- 5}$$

Le coefficient de transfert de chaleur global est alors calculé par la relation suivante :

$$U' = \frac{Q_{SMXL}}{A \Delta T_{LM}} \quad \text{V- 6}$$

Où : A est la surface de contact

U' en W/m^2K

ΔT_{LM} est la moyenne logarithmique des différences de températures aux deux extrémités et s'exprime par :

$$\Delta T_{LM} = \frac{(T_{pE} - T_{uS}) - (T_{pS} - T_{uE})}{\ln \left[\frac{(T_{pE} - T_{uS})}{(T_{pS} - T_{uE})} \right]} \quad \text{V- 7}$$

Dans le cas d'un procédé industriel, seule la température d'entrée de fluide utilité est mesurée. La température de sortie est calculée par simple bilan thermique.

Nous avons équipé notre banc expérimental avec un thermocouple qui mesure la température en sortie du fluide utilité, T_{uS} , ainsi nous pouvons vérifier la fiabilité de cette mesure en supposant que $Q_{SMXL} = Q_U$.

Ainsi :

$$T_{uS} = \frac{Q_{SMXL}}{\dot{M}_u \cdot C_{up}} + T_{uE} \quad \text{V- 8}$$

La nouvelle valeur de T_{uS} est utilisée pour le calcul de ΔT_{LM} (noté par la suite ΔT^*_{LM}) et nous pouvons donner une deuxième estimation du U global.

Après avoir calculé le flux de chaleur, nous calculons le coefficient d'échange global U :

$$U = \frac{Q_{SMXL}}{A \Delta T^*_{LM}} \quad \text{V- 9}$$

Le paramètre temps de séjour dans le mélangeur sera aussi utilisé dans notre étude caractéristique.

Nous avons calculé sa valeur en définissant t_R comme il suit :

$$t_R = \frac{V_{lib}}{Q_V} = \frac{\varepsilon \cdot V_{TL}}{Q_V} \quad \text{V- 10}$$

Avec Q_V débit volumique en m^3/s .

Et V_{TL} est le volume du tube lisse et est défini :

$$V_{TL} = L \cdot S = L \cdot \frac{\pi \cdot D_i^2}{4} \text{ en } m^3 \quad \text{V- 11}$$

Les valeurs de V_{TL} , S et A et utres valeurs caractéristiques, sont résumées dans la Table V- 4 :

Mélangeur		SMXL-E	SMXL-B
Section d'écoulement	$S \text{ [m}^2\text{]}$	$7,85 \cdot 10^{-5}$	$7,85 \cdot 10^{-5}$
Surface d'échange	$A \text{ [m}^2\text{]}$	$3,14 \cdot 10^{-2}$	$3,14 \cdot 10^{-2}$
Volume tube lisse	$V_{TL} \text{ [m}^3\text{]}$	$7,85 \cdot 10^{-5}$	$7,85 \cdot 10^{-5}$
Volume offert à l'écoulement	$V_{lib} \text{ [m}^3\text{]}$	$6,28 \cdot 10^{-5}$	$7,07 \cdot 10^{-5}$
Surface spécifique d'échange thermique	$A/V_{TL} \text{ [1/m]}$	400	400
Surface spécifique d'échange thermique*	$A/V_{lib} \text{ [1/m]}$	500	444

Table V- 4 : Caractéristiques géométriques et rapports surface/volume des mélangeurs SMXL-E et SMXL-B

Il est important de noter que c'est le diamètre de tube D_t , qui est utilisé dans toutes les corrélations pour la caractérisation des performances thermiques et non le diamètre hydraulique (Fleury (1993), Streiff (1999), Nising (2006)).

II.A.1. Influence des internes sur le coefficient de transfert thermique global

Le concept du mélangeur statique est l'utilisation d'énergie « mécanique » de l'écoulement pour assurer un mélange radial intense et ainsi atteindre un débit d'écoulement et un profil de température homogène dans l'ensemble du tube. Le principe du mélange est la séparation du flux laminaire en plusieurs couches dynamiques et leurs recombinaisons définies en fonction du choix de géométrie du mélangeur approprié. Par conséquent, les profils de l'écoulement et de la température peuvent être comparés à ceux d'un flux idéal, comme indiqué dans la [Figure V- 5](#) (d'après Heierle (1994)).

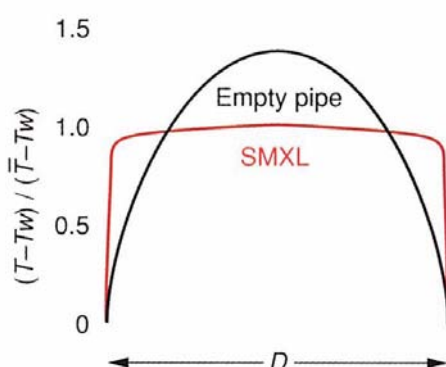


Figure V- 5 : Profil de température à travers le diamètre du tube, pour un tube lisse et un tube équipé d'un mélangeur statique de type SMXL. T est la température à l'intérieur du flux et T_w est la température de paroi

Heierle (1994)

La [Figure V- 6](#) montre l'évolution des performances des deux types de mélangeurs statiques et en tube lisse pour les mêmes vitesses de fluide (pour le Glycérol). Ceci est un simple critère d'évaluation des performances thermiques :

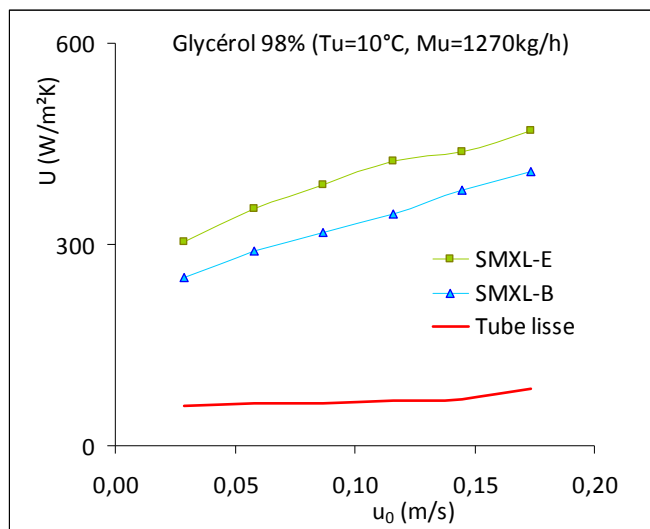


Figure V- 6 : Variation du coefficient global avec le débit fluide procédé pour Glycérol. Température de consigne du fluide utilité, $T_u = 10^\circ\text{C}$ et débit du fluide utilité, $\dot{M}_u = 1270\text{kg/h}$

Sur le graphique ([Figure V- 6](#)) nous observons l'influence significative des mélangeurs statiques sur le coefficient de transfert thermique global. Le coefficient global en tube lisse atteint une valeur de $80\text{W/m}^2\text{K}$ et, en mélangeur statique, il augmente de 5 à 7 fois.

Nous présentons par la suite l'étude de l'influence de certaines conditions opératoires sur le coefficient de transfert thermique global.

II.A.2. Etude de l'influence du débit de fluide procédé et de fluide utilité sur le coefficient de transfert thermique global. Effet de la nature du fluide

Afin de mettre en évidence cette influence, nous présentons sur la [Figure V- 7](#) et la [Figure V- 8](#) l'évolution des performances thermiques des deux types de mélangeurs statiques avec la variation du débit « procédé » ou/ et débit « utilité ».

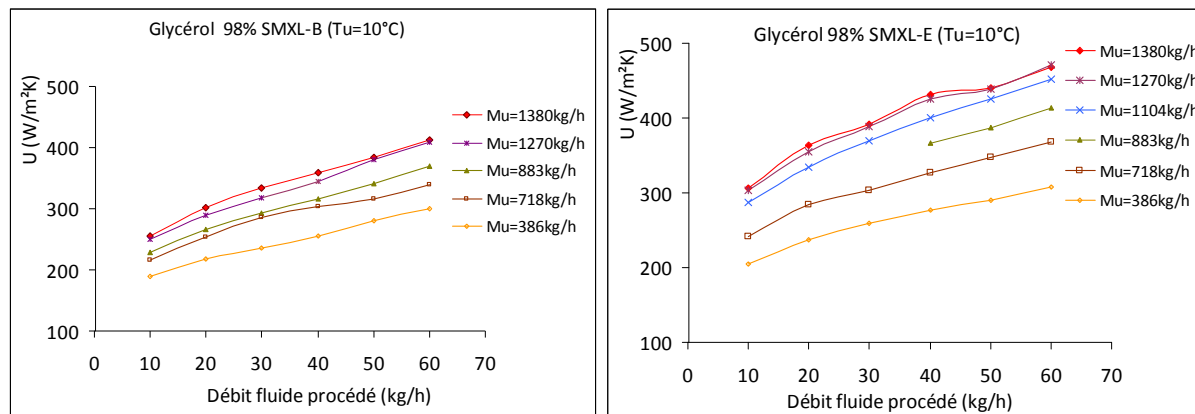
Sur la [Figure V- 7](#), nous présentons l'influence du coefficient de transfert de chaleur global avec le débit du fluide procédé, ceci pour chaque valeur de débit « utilité ».

Il est observé que :

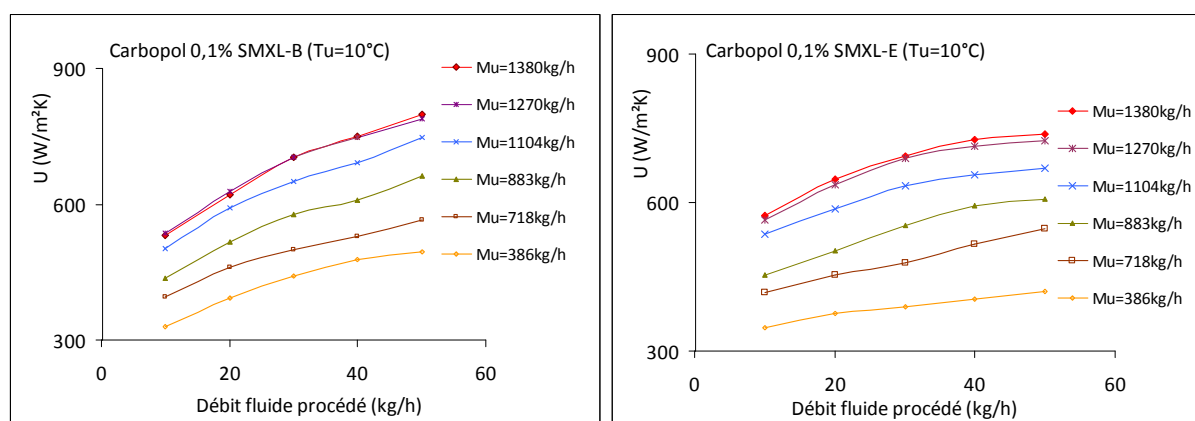
- Le coefficient de transfert thermique global augmente avec le débit du fluide procédé
- Plus le débit du fluide utilité est important plus le transfert thermique est amélioré.

La même tendance a été observée pour le Glycérol et pour le Carbopol 0,1% et le Carbopol 0,2%.

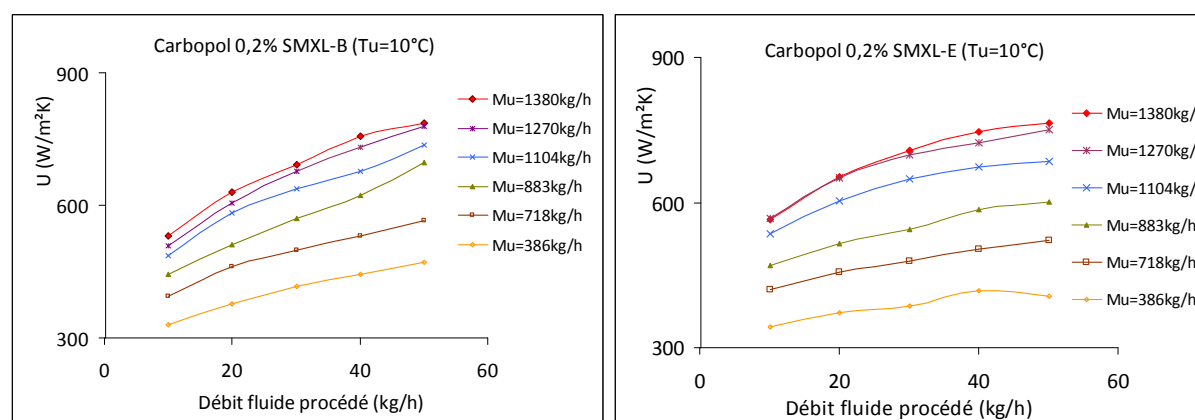
Cependant, pour les deux mélangeurs, nous observons que les courbes pour $\dot{M}_u = 1270\text{kg/h}$ et pour $\dot{M}_u = 1380\text{kg/h}$, se superposent. Ceci montre que dans cette gamme de débit, le fluide utilisé n'a plus d'influence (ou une influence négligeable) sur la dynamique de refroidissement.



(a) Le Glycérol

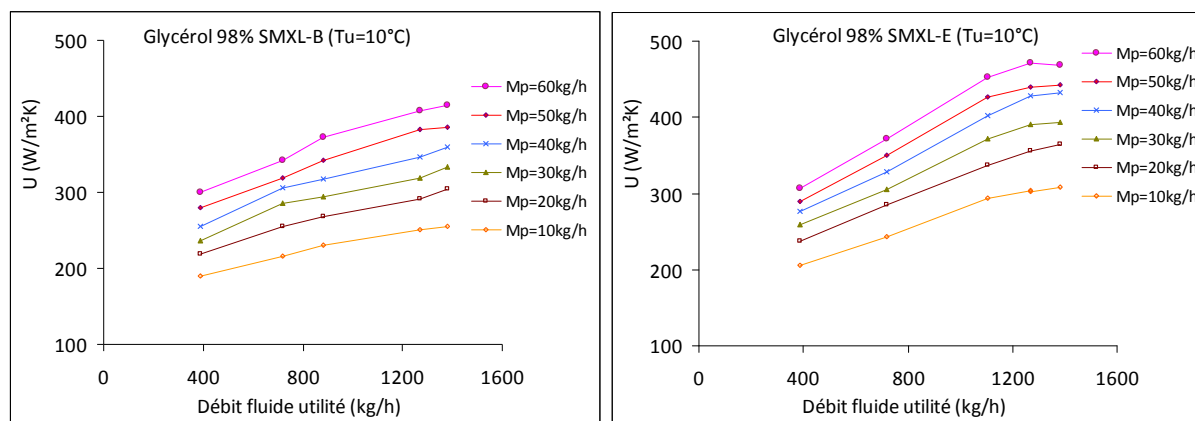


(b) Le Carbopol 0,1%

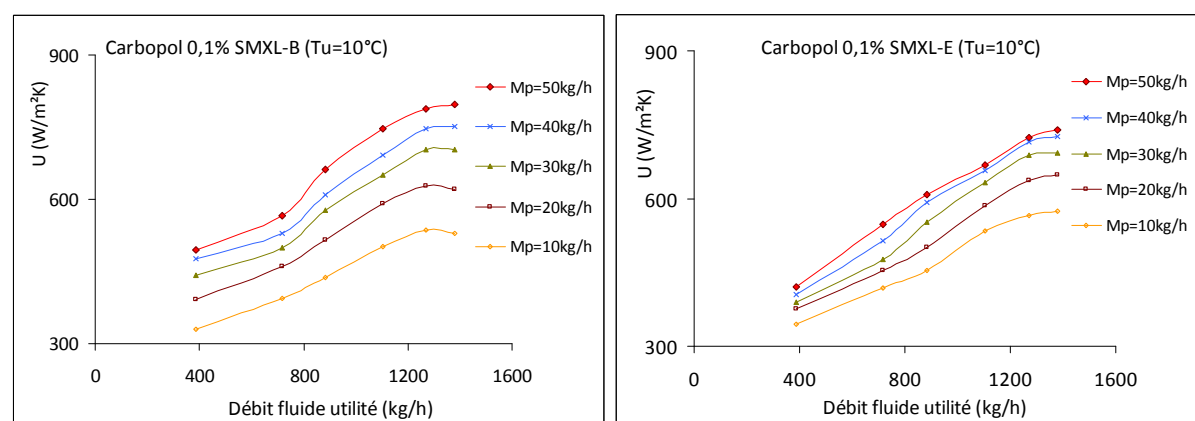


(c) Le Carbopol 0,2%

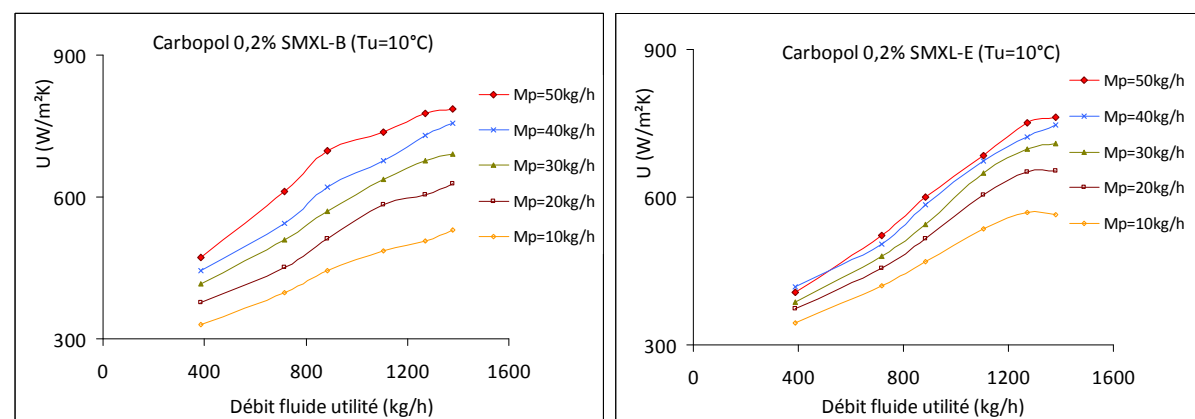
Figure V- 7 : Variation du coefficient global avec le débit fluide procédé dans les mélangeurs statiques SMXL (de type SMXL-B et SMXL-E) pour : (a) Le Glycérol ; (b) Le Carbopol 0,1% et (c) Le Carbopol 0,2%



(a) Le Glycérol



(b) Le Carbopol 0,1%



(c) Le Carbopol 0,2%

Figure V- 8 : Variation du coefficient global avec le débit fluide utilisé dans les mélangeurs statiques SMXL (de type SMXL-B et SMXL-E), pour : (a) Le Glycérol, (b) Le Carbopol 0,1% et (c) Le Carbopol 0,2%

Cette tendance est aussi observée sur la [Figure V- 8](#) pour SMXL-B et SMXL-E : le coefficient global de transfert thermique est présenté en fonction du débit fluide utilisé, pour différents débits du fluide

procédé. Pour les deux mêmes débits « utilité » (1270kg/h et 1380kg/h) le coefficient de transfert de chaleur U n'évolue plus, la courbe $U = f(\dot{M}_u)$ atteint un palier.

Nous pouvons conclure qu'à partir de $\dot{M}_u = 1270\text{kg/h}$, le débit de fluide utilité est suffisamment important pour pouvoir négliger les limitations de transfert de ce côté. (Cette tendance est discutée plus en détail dans la partie –II.A.3.).

Sur la Figure V- 7 et la Figure V- 8 nous observons également l'effet de la nature du fluide sur le coefficient global, cet effet varie avec le type de mélangeur statique.

Dans le cas de fluide Newtonien (le Glycérol), avec le mélangeur SMXL-E nous obtenons de meilleures valeurs du coefficient global. De plus, avec ce mélangeur nous observons une plus grande influence du débit « utilité » sur le transfert thermique.

Sur la Figure V- 8 (b) et (c), pour le mélangeur SMXL-E, les courbes de $U = f(\dot{M}_u)$ à 40kg/h et à 50kg/h sont superposables et le coefficient global n'évolue plus. Ainsi la valeur maximale du coefficient global est atteinte plus rapidement qu'avec le mélangeur SMXL-B.

Même si le Carbopol 0,2% est caractérisé par une viscosité apparente bien plus importante que celle du Carbopol 0,1% (voir Table II- 10), les valeurs du coefficient global, obtenues pour les deux fluides, restent très proches. Nous constatons ainsi de la grande capacité des deux mélangeurs statiques de prendre en charge des fluides de nature Non-Newtonienne.

II.A.3. Résistances au transfert thermique

La résistance globale au transfert de chaleur est la somme de résistances, dont une est de type conductif et quatre sont de type convectif. La convection du côté du fluide procédé est représentée par le coefficient de transfert de chaleur h_p , et celle du côté fluide utilité $-h_u$. La conduction au travers de la paroi en acier inoxydable de l'échangeur de chaleur dépend directement de son épaisseur, e . Le coefficient de transfert de chaleur global est donc défini par :

$$U = \frac{1}{\frac{1}{h_p} + \frac{1}{h_{fp}} + \frac{e}{\lambda_{inox}} + \frac{1}{h_{fu}} + \frac{1}{h_u}} \quad \text{V- 12}$$

Où : $h_{p,u}$ et $h_{f(p,u)}$ sont en $\text{W/m}^2\text{K}$

e est l'épaisseur de la paroi, $e = 1,5\text{mm}$

λ_{inox} est la conductivité thermique de l'inox (16W/mK)

Les deux termes de cette corrélation, $1/h_{fp}$ et $1/h_{fu}$, sont les résistances du film liquide, souvent causées pendant une polymérisation, cristallisation ou autre. Dans notre cas, il ne s'agit d'aucun de ces phénomènes. En mélangeur statique, la couche de fluide à la paroi du tube est constamment renouvelée grâce au mélange transversal et souvent on dit que les mélangeurs statiques sont de nature « autonettoyante » et une telle résistance est négligeable.

En régime d'écoulement laminaire, le transfert de chaleur du fluide visqueux (procédé) est souvent la résistance dominante, ainsi le coefficient de transfert de chaleur global est approximativement égal au coefficient h_p , $U \approx h_p$ (d'après Fleury (1993), Myers et al. (1997) et Nising (2006)).

Pour le mélangeur SMXL d'un petit diamètre de tube ($\leq DN20$), les résistances thermiques de conduction et de convection du côté de fluide utilité peuvent être négligées (d'après Fleury (1993) et Streiff et al. (1999)).

Pour notre système le débit maximal du fluide utilité est de 1380kg/h. Pour savoir si ce débit est suffisamment important pour négliger le transfert côté « utilité », il est intéressant de tracer l'évolution du coefficient de transfert global en fonction du nombre de Reynolds côté « utilité » (cf. Figure V- 9).

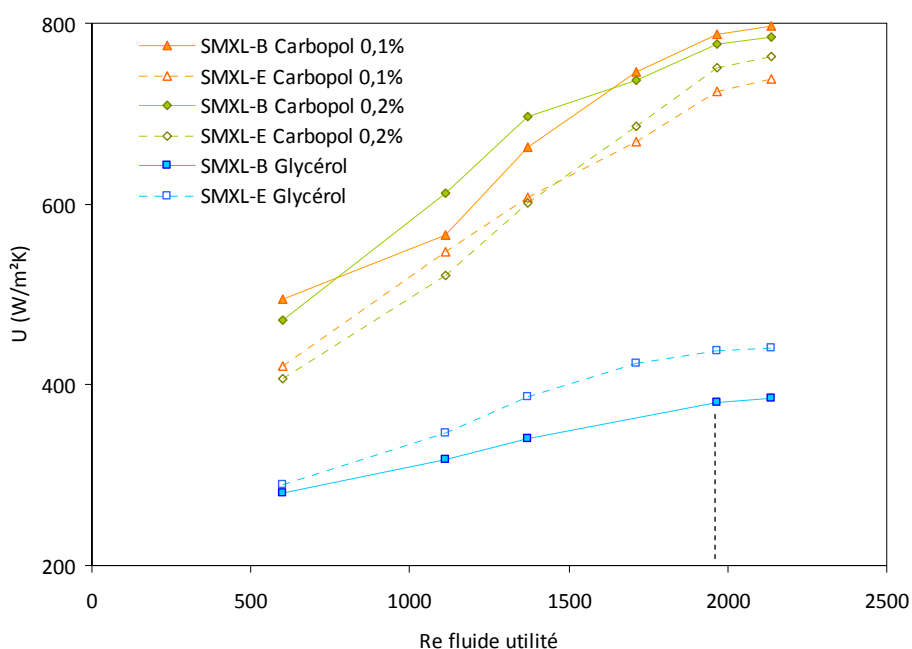


Figure V- 9 : Evolution du coefficient global de transfert de chaleur en fonction du Reynolds côté « utilité », $\dot{M}_p = 50\text{kg/h}$

L'hypothèse consiste qu'à l'établissement du palier le $1/h_u$ est alors négligeable. Ce palier est atteint pour les trois fluides de travail et dans les deux mélangeurs statiques à partir de $Re \approx 2000$ ($\dot{M}_u = 1270\text{kg/h}$).

Pour un débit massique de fluide procédé de 50kg/h , le rapport des débits fluide utilité/procédé, \dot{M}_u/\dot{M}_p , pour $\dot{M}_u = 1270\text{kg/h}$ est de 25. Dans la pratique, un rapport des débits de 20 est généralement utilisé.

Pour être certain de négliger la résistance du côté fluide utilité, dans la suite de cette étude, nous continuons à nous placer à un débit de fluide utilité supérieur à 1270kg/h .

Les deux débits de fluide utilité (1270kg/h et 1380kg/h) seront utilisés dans l'étude des performances thermiques des SMXL (dans la partie qui suit), bien que leur rapport de débit soit un peu élevé. (Ceci afin de négliger la résistance du côté fluide utilité).

II.B. Etude des performances thermiques des mélangeurs SMXL

Afin de comparer les performances thermiques des deux types de mélangeurs statiques, il est intéressant de tracer l'évolution du coefficient de transfert de chaleur global en fonction du débit pour chacun des trois fluides. C'est ce que représente la Figure V- 10°:

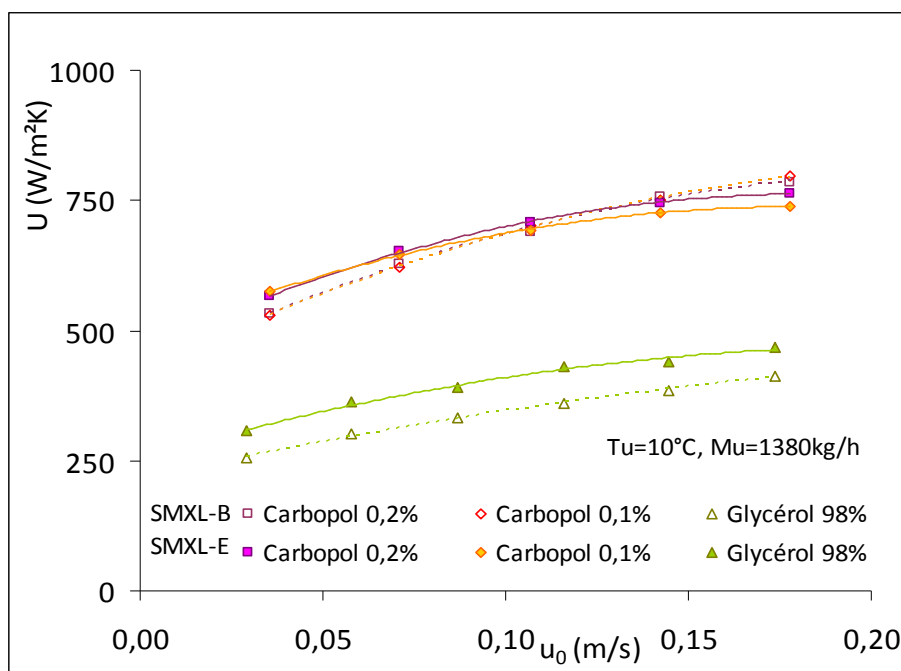


Figure V- 10 : Evolution du coefficient de transfert de chaleur global en fonction de la vitesse du fluide

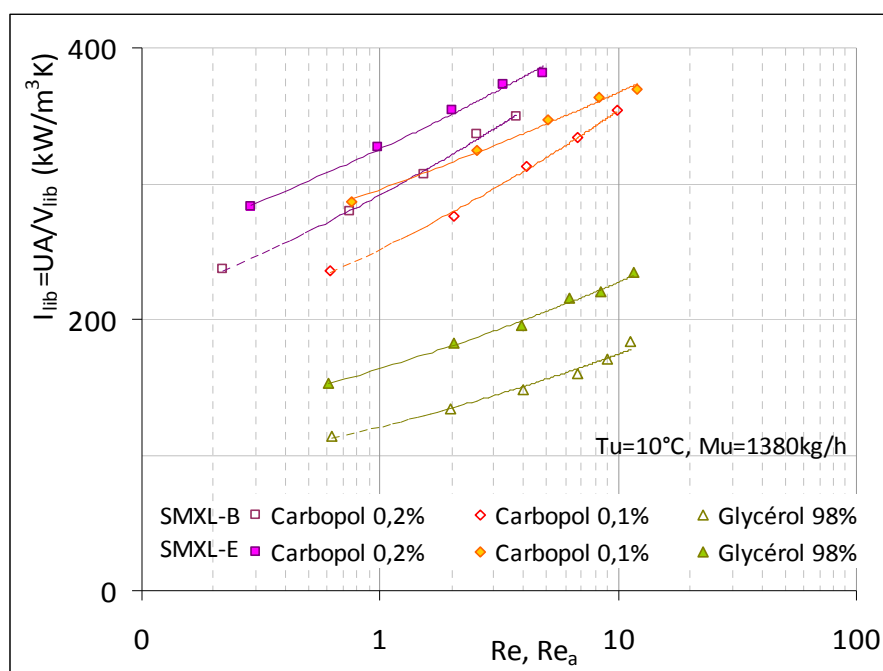


Figure V- 11 : Variation du facteur d'intensification avec le nombre de Reynolds

En premier lieu, nous constatons que le coefficient de transfert de chaleur global pour les deux mélangeurs augmente avec le débit du fluide procédé.

La valeur de U pour les deux solutions de Carbopol est nettement plus importante que celle pour le Glycérol, quel que soit le type de mélangeur (ceci est dû à la différence de leur Capacité calorifique $C_{p \text{ Carbopol}} \gg C_{p \text{ Glycérol}}$).

Par la suite, nous faisons intervenir le facteur d'intensification, aussi appelé la capacité d'échange thermique, I_{lib} . Il est couramment utilisé dans la littérature pour la comparaison des performances des réacteurs continus intensifiés (et des réacteurs échangeurs compacts) avec la cuve agitée. (Anxionnaz et al. (2008)).

Il est basé sur le produit du coefficient de transfert de chaleur global par le ratio entre l'aire de la surface d'échange et le volume de fluide mis en jeu :

$$I_{lib} = \frac{UA}{V_{lib}} = \frac{Q}{V_{lib} \Delta T_{LM}} (W.m^{-3}.K^{-1}) \quad \text{V- 13}$$

$$V_{lib} = \varepsilon.V_{TL} \quad \text{V- 14}$$

Afin de traiter ce critère de performances du type de mélangeur avec une plus grande précision, il semble plus judicieux d'utiliser le volume offert à l'écoulement V_{lib} . (voir [Table V- 4](#))

Avec $\varepsilon = 0,8$ pour les SMXL-E et $\varepsilon = 0,9$ pour les SMXL-B.

Sur la Figure V- 10 les courbes de coefficient de transfert de chaleur global pour le Carbopol sont superposées alors que sur la Figure V- 11 nous pouvons bien observer l'effet de la concentration et du type de mélangeur sur le Carbopol.

II.B.1. Corrélations de Nusselt

Les coefficients de transfert thermique en régime laminaire pour un échangeur de chaleur sont corrélés par :

$$Nu = A_1 \cdot Re^a \cdot Pr^b \left(\frac{\mu}{\mu_w} \right)^c \left(\frac{D_t}{L} \right)^d \quad \text{V- 15}$$

Où : **Nu** est le nombre de Nusselt

A₁ est la constante caractérisant l'échangeur de chaleur

Re est le nombre de Reynolds

Pr est le nombre de Prandtl

μ est la viscosité du fluide procédé (Pa.s)

μ_w est la viscosité du fluide procédé à proximité de la paroi (Pa.s)

D_t est le diamètre de tube (m)

L est la longueur de tube en (m)

D'après Sieder et Tate (1936) dans le cas d'un tube lisse nous avons : **A₁ = 1,86**, **a = 0,33**, **b = 0,33**, **0 ≤ c ≤ 0,14** et **d = 0,33** pour régime laminaire ($Re \leq 2300$) et $10 < RePrD_t/L < 10000$.

La même forme d'expression de Nusselt est utilisée pour exprimer les coefficients de transfert en mélangeur statique.

Les valeurs de **a** et **b** sont parfois forcées à 0,33 afin de pouvoir comparer le coefficient **A₁** pour les différents modèles.

Facteur de viscosité μ/μ_w (μ_w - viscosité du fluide près de la paroi)

Nous avons vu que la température du fluide à la paroi n'est pas très différente de celle au milieu de l'écoulement (voir Figure V- 5). Le mélange radial étant de très bonne qualité, certaines corrélations, proposées par Cybulski et Werner (1986), Thakur et al. (2003), Bohnet et al. (1990) présentées dans la Table V- 5 ne font donc pas intervenir le terme du facteur de viscosité.

Les auteurs qui ont pris en compte ce facteur, considèrent la constante **c** égale à 0,14, (Streiff et al. (1999), Fleury (1993), Nising (2006), Bayer et al. (2003)).

Facteur D_t/L

Certains auteurs ne prennent pas en considération le facteur D_t/L (Paul et al. (2003)). D'autres fixent ce coefficient d égal à 0,12 (cf. Bohnet et al. (1990)). En fait ce paramètre intervient alors dans la valeur du coefficient A_1 .

Les courbes caractéristiques pour les deux types de mélangeurs sont représentées sur la [Figure V- 12](#).

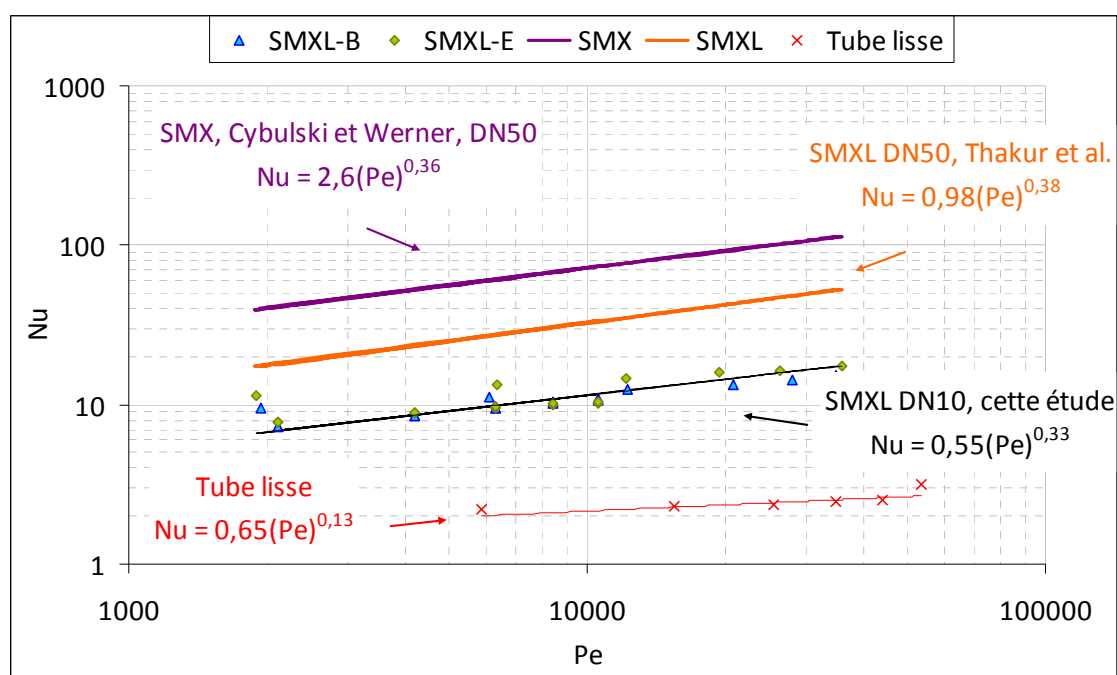


Figure V- 12 : Corrélations du nombre de Nusselt en fonction de nombre de Peclet, Pe ($RePr$)

Pour les deux mélangeurs SMXL-E et SMXL-B, nous avons établi une corrélation unique dans laquelle les coefficients μ/μ_w et D_t/L ne sont pas pris en compte. Le coefficient A_1 (0,55) est faible en comparaison du modèle de Thakur et al. (2003) pour SMXL (cf. [Figure V- 12](#)). Il faut noter que si le facteur D_t/L n'intervenant pas dans la corrélation, sa valeur est comprise dans le coefficient A_1 (ainsi que le coefficient μ/μ_w), ceci expliquerait peut-être l'écart des valeurs.

Les corrélations de cette étude et des modèles issus de la littérature sont récapitulés dans la [Table V- 5](#).

Auteurs	Caractéristiques géométriques	A_1	a	b	c	d
Bohnet et al. (1990)	SMXL-E, $D_t=0,05m$ $L=1,4m$	2,7	0,33	0,33	—	0,12
Streiff et al. (1999)	SMXL-E, $D_t=0,05m$ $\varepsilon > 0,90$	1,5-1,9	0,33	0,33	0,14	—
Fleury Ph.D. thesis (1993) Nising Ph.D. thesis (2006)	SMXL-E, $D_t=0,02m$ $\varepsilon=0,91$	1,25	0,38	0,38	0,14	—
Bayer et al. (2003)	SMXL-B, $D_t=0,05m$ $1000 < Re_{Pr} < 100000$	0,98	0,38	0,38	0,14	—
Cybulski et Werner (1986) Thakur et al. (2003)	SMXL-E, $D/L=41,0$ SMXL-E, $D/L=19,7$	0,98	0,38	0,38	—	—
	SMXL-B, $\varepsilon=0,9$					
<u>Cette étude</u>	SMXL-E, $\varepsilon=0,8$ $D_t=0,01m$, $L=1ms$	0,55	0,33	0,33	—	—
Cybulski et Werner (1986)	SMX $D_t=0,05m$	2,6	0,36	0,36	—	—
Cybulski et Werner (1986)	Kenics $D_t=0,05m$	1,44	0,33	0,33	—	—

Table V- 5 : Corrélations de cette étude et de la littérature pour le transfert thermique en régime laminaire dans des mélangeurs statiques SMXL et d'autres mélangeurs statiques

III. Efficacité des mélangeurs statiques. Facteur des performances thermiques

Dans la partie qui suit, nous essayons de quantifier l'énergie nécessaire pour une série d'expériences de refroidissement, en vue de comparer les résultats en termes de facteur de performance thermique.

III.A. Dissipation visqueuse

En écoulement laminaire où la perte de charge est plus importante, une dissipation visqueuse peut être observée, qui est de l'ordre de $1^\circ C$ par 10 bars de perte de charge (Paul et al. (2003)).

Cette valeur est définie par la corrélation de Streiff et al. (1999) :

$$\Delta T = \frac{\Delta p}{\rho \cdot C_p} \quad \text{V- 16}$$

Avec : Δp - la perte de charge en N/m²

C_p - la chaleur spécifique du fluide en J/kg.K

ρ - la masse volumique en kg/m³.

Ainsi nous estimons que la dissipation visqueuse est égale à ~0,02°C pour 1bar de perte de charge (dans le cas du Carbopol 0,1%) et ~0,04°C pour 1bar de perte de charge (dans le cas du Glycérol).

Cette dissipation visqueuse devrait être significative pour les solutions de polymère très concentrées (Popovska et Wilkinson (1977)).

Dans notre cas, bien qu'il existe une quantité de chaleur dissipée durant le passage du fluide à travers le mélangeur statique (qui va en sens inverse du refroidissement), sa valeur est petite ou/et bien négligeable. Donc la dissipation visqueuse n'est pas prise en compte dans nos bilans thermiques.

III.B. Puissance dissipée en mélangeur statique

La puissance dissipée théorique nécessaire à la circulation du fluide dans les mélangeurs statiques peut être calculée en multipliant la perte de charge avec le débit volumique de l'écoulement (Bayer et al. (2003)):

$$P_p = Q_v \Delta p \quad \text{V- 17}$$

Où : P_p est la puissance dissipée en W

Q_v est le débit volumique en m³/s

Al Taweel et Walker (1983) définissent la puissance dissipée par unité de masse de fluide ϵ_m (J/kg) en fonction du volume du mélangeur, sans faire intervenir la porosité qui permet de rendre compte du volume réellement offert à l'écoulement par le mélangeur. C'est pourquoi Theron (2009) propose une définition de ϵ_m qui tient compte de la porosité et la puissance spécifique dissipée peut être déterminée à partir d'une mesure de la perte de charge en utilisant la relation suivante :

$$\epsilon_m = \frac{Q_v \Delta p}{V_{LIB} \rho} = \frac{Q_v \Delta p}{L \epsilon \frac{\pi D_t^2}{4} \rho} \quad \text{V- 18}$$

Où ϵ_m est en (W/kg)

Connaissant les caractéristiques géométriques de chaque géométrie de mélangeur statique, il est donc possible de calculer la valeur de ϵ_m grâce aux pertes de charge mesurées pour chaque expérience.

Pour montrer la variation de la quantité d'énergie dissipée dans la gamme de débit étudiée, nous avons calculé ϵ_m à partir de la formule citée plus haut (cf. éq. V-18). Pour cela nous avons réalisé la mesure de perte de charge (dans des conditions de refroidissement, conditions non adiabatiques) pour les deux types de mélangeurs statiques et pour le tube lisse.

Nous illustrons graphiquement la variation de la puissance dissipée par unité de masse avec le débit massique du fluide procédé sur la Figure V- 13.

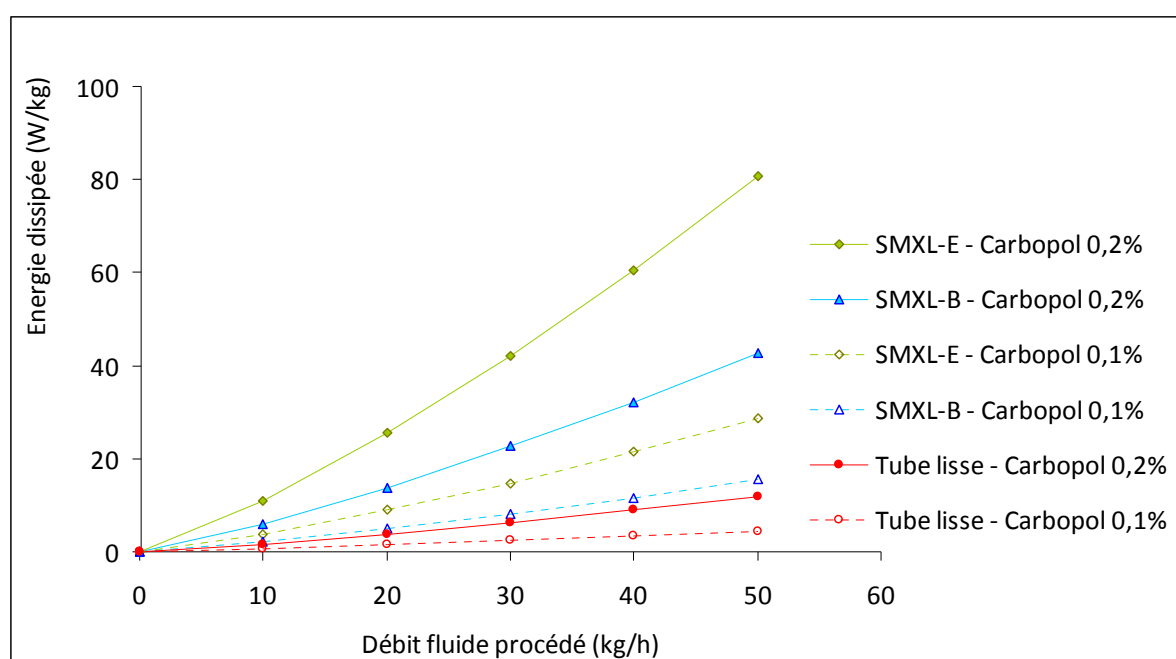


Figure V- 13 : Variation de l'énergie dissipée avec le débit massique du fluide procédé

Sur Figure V- 13, nous observons la variation de l'énergie dissipée avec le débit de fluide. En terme de comparaison du dispositif d'échange : le SMXL-E consomme le plus d'énergie, suivi par le SMXL-B. Le tube lisse représente la plus basse consommation énergétique, car le fluide ne subit pas d'obstacle dans son écoulement. La circulation de SMXL-B demande moins d'énergie que le SMXL-E. Ceci est dû au garnissage plus ouvert. Cette partie servira à faire une étude comparative avec l'échange thermique en la cuve agitée.

III.B.1. Etude de la dissipation énergétique

Dans la Table V- 6 nous avons récapitulé les résultats des refroidissements avec la consigne du fluide $T_u = 10, 15$ et à 20°C , (la température d'entrée du fluide procédé $T_p = 50^\circ\text{C}$) avec les valeurs de

puissance et énergie dissipée calculées. Les expériences sont effectuées à un débit de fluide utilité fixé à $\dot{M}_u = 1380 \text{ kg/h}$ et le fluide procédé circule à $\dot{M}_p = 50 \text{ kg/h}$.

Tu (°C)	Modèle	Fluide	Re	Re _h	Δp (bar)	P (W)	ϵ_m (W/kg)	ϵ' %
10	SMXL-E	Carbopol 0,1%	12	6	1,289	1,8	29	31
		Carbopol 0,2%	5	2	3,41	5,1	76	32
		Glycérol 98%	9	4	1,466	1,7	22	18
	SMXL-B	Carbopol 0,1%	10	6	0,737	1,1	17	33
		Carbopol 0,2%	4	2	1,95	3,0	44	33
		Glycérol 98%	9	5	0,668	0,8	10	16
	Tube lisse	Carbopol 0,1%	5	—	0,197	0,3	4	6
		Carbopol 0,2%	2	—	0,514	0,9	12	5
		Glycérol 98%	14	—	0,156	0,2	2	4
15	SMXL-E	Carbopol 0,1%	12	6	1,269	1,8	28	33
		Carbopol 0,2%	5	2	3,35	5,0	75	33
		Glycérol 98%	9	4	1,43	1,6	21	18
	SMXL-B	Carbopol 0,1%	10	6	0,735	1,1	16	35
		Carbopol 0,2%	5	2	1,97	3,0	44	34
		Glycérol 98%	10	6	0,6	0,7	9	17
	Tube lisse	Carbopol 0,1%	5	—	0,188	0,3	4	6
		Carbopol 0,2%	2	—	0,482	0,9	11	5
20	SMXL-E	Carbopol 0,1%	12	6	1,207	1,8	27	33
		Carbopol 0,2%	5	2	3,208	4,8	72	34
		Glycérol 98%	10	5	1,216	1,4	18	19
	SMXL-B	Carbopol 0,1%	10	6	0,728	1,1	16	35
		Carbopol 0,2%	4	2	1,95	3,0	44	34
		Glycérol 98%	10	6	0,6	0,7	9	17
	Tube lisse	Carbopol 0,1%	5	—	0,191	0,3	4	7
		Carbopol 0,2%	2	—	0,48	0,9	11	5

Table V- 6 : Récapitulatif des résultats des expériences réalisées à température de fluide utilité,

Tu = 10, 15 et 20°C

*Il est important de noter que l'énergie ϵ_m peut être aussi calculée à partir de la formule de Streiff (éq. V- 19) qui introduit le facteur de friction dans sa définition.

$$\epsilon_{m(f)} = \frac{2f \cdot u_0^3}{\epsilon \cdot D_t} = \frac{2f_h \cdot (u_0 / \epsilon)^3}{D_h} \quad \text{V- 19}$$

A partir des données de la Table V- 6 nous constatons que :

- Il n'y a pas d'influence significative de la température du fluide utilité sur l'énergie ϵ_m

- Dans un même échangeur, l'expérience avec Carbopol 0,2% demande le plus d'énergie. Sa quantité est plus de trois fois plus que l'énergie dissipée par un système avec Glycérol, et plus de 2 fois par rapport au système avec Carbopol 0,1%. Ainsi :

$$\epsilon_m \text{ Carbopol } 0,2\% > \epsilon_m \text{ Carbopol } 0,1\% > \epsilon_m \text{ Glycérol } 98\%$$

- Comme déjà observé, les résultats montrent, que la quantité d'énergie dissipée en mélangeur SMXL-E est plus importante que celle en mélangeur SMXL-B. Ainsi :

$$\epsilon_m \text{ SMXL-E} > \epsilon_m \text{ SMXL-B} > \epsilon_m \text{ Tube lisse}$$

Dans la Table V- 6 nous avons aussi noté les valeurs de l'efficacité correspondante à chaque expérience. L'efficacité d'un échangeur de chaleur est exprimée avec la formule :

$$e'(\%) = \frac{Q_{SMXL}}{Q_{\max}} = \frac{T_{PS} - T_{PE}}{T_{UE} - T_{PE}} \quad \text{V- 20}$$

Où Q_{\max} est la valeur maximale d'échange possible (si $T_{ps}=T_{ue}$, $e'=100\%$).

Nous n'observons pas de différence notable de la géométrie pour un même fluide. L'efficacité du Carbopol est deux fois plus importante que celle du Glycérol, ceci est dû à la différence de leurs capacités calorifiques, $Cp_{\text{Carbopol}} \gg Cp_{\text{Glycérol}}$ (qui entrent dans le calcul de Q_{SMXL}).

Nous constatons que l'échangeur de chaleur équipé d'un mélangeur statique est approximativement 5 fois plus efficace qu'un échangeur à tube lisse.

A titre d'exemple, nous présentons sur la Figure V- 14, les profils de température pour un refroidissement de Carbopol 0,1% pour les conditions opératoires notées:

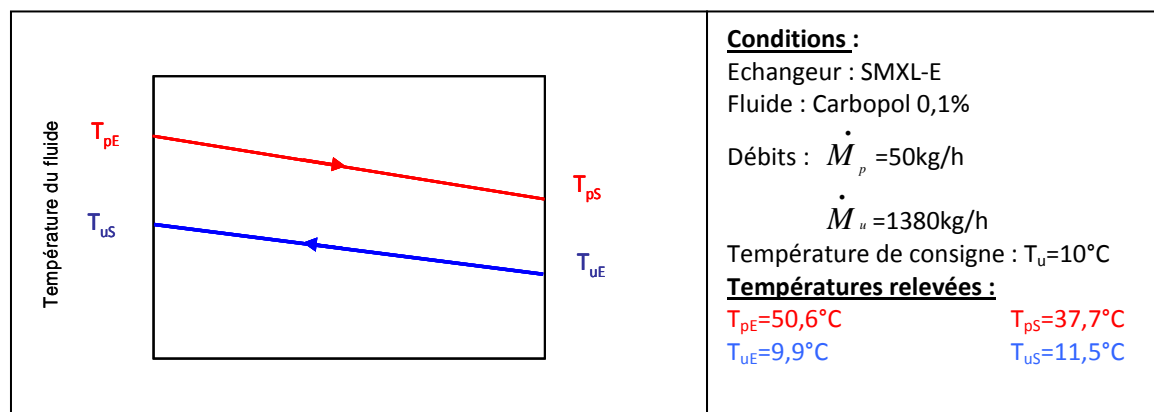


Figure V- 14 : Exemple de refroidissement (circulation en contre courant): conditions opératoires et valeurs des températures relevées

Pour une longueur de mélangeur statique de 1m, pour un temps de séjour dans le mélangeur de seulement 5s, le fluide procédé a été refroidi de $\sim 13^\circ\text{C}$. L'efficacité de l'échangeur est de 31%.

III.C. Facteur des performances thermiques

Dans la dernière partie de ce chapitre de caractérisation des mélangeurs statiques type SMXL, nous faisons intervenir un facteur de performances thermiques (Yadav, A.S. (2009)). Ce facteur rassemble les caractéristiques d'échange thermique et énergétique pour un même échangeur. Il est défini par :

$$FPT = \frac{h_p}{\Delta p} ; \left(\frac{m}{K.s} \right) \quad \text{V- 21}$$

Dans cette étude nous considérons que $h_p \approx U$.

Nous avons calculé le facteur de performance thermique (FPT) pour les expériences avec le Carbopol 0,1% et 0,2%, à $\dot{M}_u = 1380 \text{ kg/h}$ (pas de résistance côté utilité), à $T_u = 10^\circ\text{C}$. Ainsi nous illustrons dans la Figure V- 15, la variation de FPT en fonction du débit massique du fluide procédé.

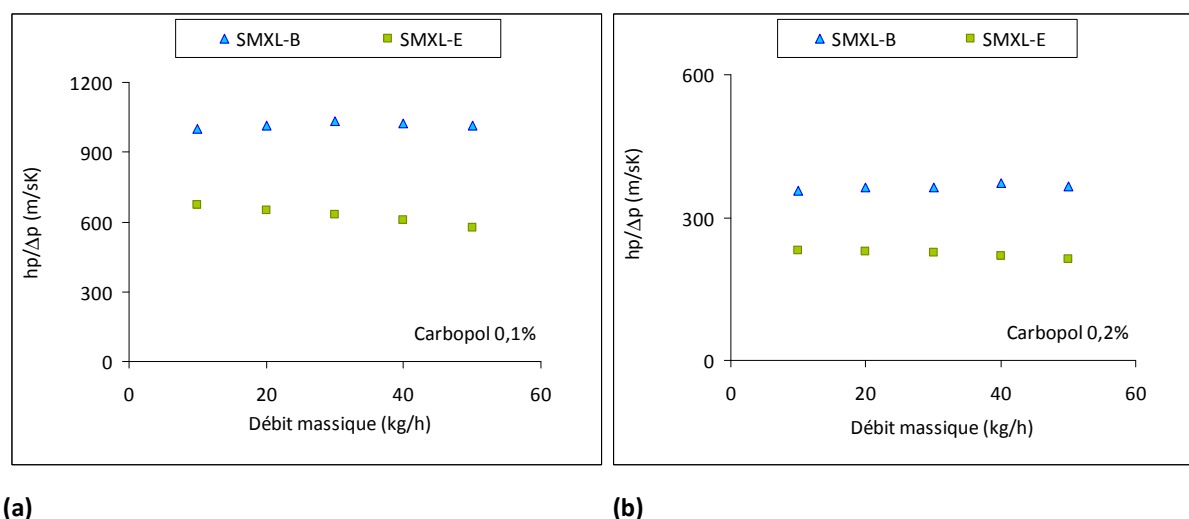


Figure V- 15 : Débit massique vs le facteur de performance thermique (FPT) pour Carbopol 0,1% (a) et Carbopol 0,2% (b)

Sur la Figure V- 15 (a) et (b) nous observons que pour un débit donné, le FPT est le plus important pour le SMXL-B (avec plus de 40% > que le FPT de SMXL-E).

Contrairement à ce que nous avons vu avec le facteur d'intensification I_{lib} , les valeurs de FPT pour SMXL-E sont plus faibles par rapport au SMXL-B. En effet l'importante perte de charge générée par le mélangeur statique type SMXL-E fait diminuer le facteur FPT, bien que son coefficient de transfert thermique soit plus grand que celui du SMXL-B.

En conclusion, le mélangeur statique de type SMXL-B est l'échangeur de chaleur le plus performant, à l'égard des deux importants critères : énergie dissipée et coefficient de chaleur.

IV. Conclusion

Des modèles de pertes de charge ont été établis pour les mélangeurs statiques SMXL-E et SMXL-B. Nous avons une bonne correspondance des données pour SMXL-E avec les données du constructeur. D'un autre côté, les pertes de charge déterminées expérimentalement pour SMXL-B sont 40% plus importantes que les valeurs prévues par le constructeur.

Nous avons aussi observé que les pertes de charge pour SMXL-E sont deux fois plus importantes que les pertes de charge générées par les SMXL-B et également 16 fois plus importantes que celles générées en tube lisse.

Une influence de la nature des fluides sur le facteur de friction a été constatée. Elle a été prise en compte par le coefficient K_f , caractérisé expérimentalement.

Les performances thermiques, caractérisées expérimentalement, ont permis de déterminer les coefficients de transfert de chaleur globaux dans chaque des deux modèles de mélangeur statique ainsi que les lois reliant le nombre de Nusselt au paramètre caractéristique de l'écoulement, le nombre de Reynolds dans notre cas. Nous avons constaté que les mélangeurs statiques sont plus de 5 fois plus efficaces dans le transfert de chaleur, comparé au tube lisse.

La corrélation de Nusselt, établie dans cette étude, est unique pour les deux modèles de mélangeur statique. En revanche, après avoir appliqué le facteur des performances thermiques, le mélangeur statique de type SMXL-B est l'échangeur de chaleur qui s'avère plus performant.

La capacité des mélangeurs statiques à prendre en charge des fluides complexes a été aussi étudiée. Nous pouvons noter leur importante efficacité de transfert de chaleur en régime laminaire et leur capacité à réaliser des rampes de températures.

Nous notons également que les mélangeurs statiques sont autant efficaces avec le Carbopol 0,1% qu'avec le Carbopol 0,2%, alors que la consistance et la contrainte seuil du Carbopol 0,2% sont plusieurs fois supérieures à celles du Carbopol 0,1%.

Dans la Table V- 7, nous résumons les résultats de la caractérisation des performances des mélangeurs statiques SMXL-E et SMXL-B :

Critère	SMXL-E	SMXL-B
Perte de charge, Δp (bar) ou Z	-	+
Cisaillement moyen, $\dot{\gamma}$ (s^{-1})	++	+
Coefficient de transfert de chaleur global, U (W/m^2K)	=	=
Facteur d'intensification, I_{lib} (W/m^3K)	+	-
Nombre de Nusselt, Nu	=	=
Energie dissipée, ϵ_m (W/kg)	-	+
Efficacité, $e\%$	=	=
Facteur des performances thermiques, FPT (m/Ks)	-	+

Table V- 7 : Récapitulatif, comparaison des performances des deux mélangeurs statiques SMXL-E et SMXL-B.

Légende : « ++ » très bon, « + » bon ; « - » pas bon ; « = » identique

SYNTHESE ET PERSPECTIVES

I. Synthèse des études réalisées

Le refroidissement de fluides visqueux a été étudié dans une cuve agitée à échelle laboratoire et à échelle pilote, ainsi que dans une technologie en continu- telle que les mélangeurs statiques (voir Table 1). Notre bilan commence par une synthèse de ces trois étapes d'études expérimentales. Ensuite, nous présentons une analyse comparée de la cuve agitée et des mélangeurs statiques. Enfin cette partie se termine en donnant les perspectives de nos travaux.

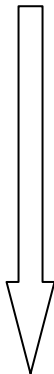
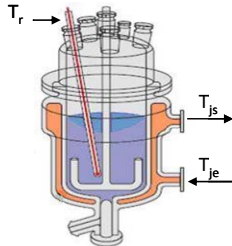
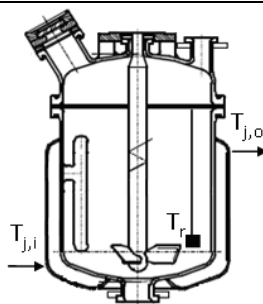
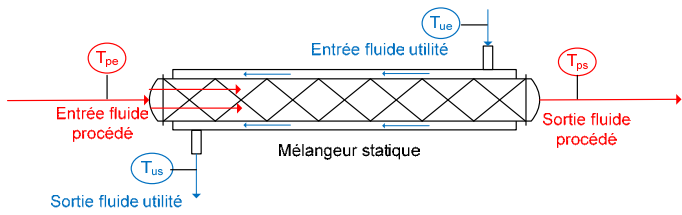


	Technologie	Etudes	
		Cuve agitée double enveloppe ; Réacteur calorifique RC1e Echelle laboratoire V=0,36L ; V=0,6L Mobile : Ancre	Etudes préliminaires de refroidissement à vitesse d'agitation constante et de pilotages
		Cuve agitée double enveloppe ; De Dietrich Echelle Pilote (Industrielle) ; V=60L Mobile : Hélice tripale, Optifoil	Transposition des tendances observées à l'échelle laboratoire et des essais de pilotages
		Refroidissement en continu. Comparaison des performances de deux types de mélangeurs statiques	
Technologie en continu : Mélangeur statique SMXL (10-60L/h)			
			
SMXL-B	SMXL-E		

Table 1 : Présentation des technologies utilisées

I.A. Echelle Laboratoire

Dans un premier temps les études préliminaires à l'échelle laboratoire ont montré l'influence de la vitesse d'agitation sur la dynamique de refroidissement. Nous avons réalisé des expériences à vitesse constante et avec pilotage de la vitesse d'agitation.

Il a été observé qu'en opérant à des vitesses d'agitation trop élevées on augmente significativement la consommation énergétique ainsi la dissipation visqueuse n'est plus un facteur négligeable et la durée de refroidissement peut être rallongée.

Nous avons remarqué la nécessité de déterminer les limites de l'influence de la vitesse d'agitation et de définir une vitesse « critique ». Au-dessus de cette vitesse le coefficient global d'échange thermique n'évolue plus et nous n'observons plus une diminution de la durée de refroidissement.

Le changement de la vitesse d'agitation au cours du refroidissement a affecté le profil de température avec un impact avantageux sur le coût énergétique. Les pilotages ont montré la faisabilité de cette méthode ainsi que la nécessité de proposer une stratégie dans le choix des vitesses d'agitation et les durées des étapes.

I.B. Echelle pilote

Dans l'étude à grande échelle nous transposons les tendances observées à l'échelle laboratoire. Le passage à l'échelle industrielle dans ce cas n'est pas une extrapolation dans le sens propre du terme parce que nous n'avons pas de similitude (voir Roustan et al.), puisque les mobiles d'agitation sont différents. Ce qui importe, ce sont les types d'écoulements générés par ces mobiles ne sont pas de même nature : essentiellement tangentielle pour l'ancre et axiale, voir mixte pour l'hélice.

L'augmentation de l'échelle a posé le problème d'homogénéité thermique au sein de la cuve. Ainsi pour répondre au « critère » d'homogénéité nous avons défini un Reynolds « critique ». Ce critère est également pris en compte dans la détermination de la vitesse d'agitation « critique ».

Dans cette partie, nous avons montré que le pilotage de la vitesse d'agitation durant l'étape de refroidissement est efficace et confirme les études à l'échelle laboratoire, ceci en terme de durée de refroidissement et/ou de consommation d'énergie comparée à un refroidissement à vitesse d'agitation constante (la vitesse d'agitation « critique »).

La configuration retenue dans cette étude est choisie en tenant compte de critère d'homogénéité thermique. Le pilotage le plus favorable est celui qui démarre à plus basse vitesse (que la vitesse

d'agitation « critique ») afin de diminuer le coût énergétique et qui se termine à la vitesse d'agitation « critique » assurant ainsi un mélange plus efficace.

Les meilleures configurations de pilotages doivent être définies en fonction de la demande de l'industriel selon ses critères, de temps ou/et de coût énergétique et selon les contraintes imposées par le fluide (sensibilité à la température, niveau de cisaillement, une durée de l'opération à respecter). Souvent un compromis entre les critères devra être fait.

I.C. Technologie en continu

Les mélangeurs statiques SMXL-E et SMXL-B ont été étudiés tant qu'une technologie alternative à la cuve agitée. Nous avons établi des modèles de perte de charge que nous utilisons dans la détermination de l'énergie dépensée pour le refroidissement. Ensuite nous avons réalisé une comparaison de leurs performances en fonction des facteurs d'efficacité de transfert thermique et de consommation énergétique. Nous avons observé une grande capacité à traiter des fluides complexes.

II. Critère de choix entre la cuve agitée et la technologie en continu

Dans l'objectif de comparer les deux technologies nous évoquons plusieurs critères qui nous semblent importants dans la pratique : l'homogénéité thermique, la puissance consommée, l'emplacement nécessaire au pilote, la durée de l'opération, le cisaillement moyen, la sécurité et la facilité de manipulation (voir [Table 2](#)).

	Critères de comparaison	Technologie batch	Technologie en continu
		Cuve agitée double enveloppe	Mélangeur statique
	<u>Critères liés à la nature du fluide :</u>		
1.	Capacité à traiter des fluides Non-Newtoniens	-/+	+
2.	Capacité à traiter des fluides sensibles à la température	-	+
3.	Cisaillement moyen	+/-	+/-
4.	Homogénéité en cisaillement	-	++
5.	Homogénéité thermique	-	++
	<u>Critères liés au procédé</u>		
6.	Durée de l'opération	+/-	+/-
7.	Volume à traiter	+/-	+/-
8.	Energie consommée	--	++
9.	Emplacement	-	--
10.	Investissement/coût	- (énergie) /+ (installation)	+ (énergie) /- (installation)
11.	Sécurité/Risque	+	-
12.	Facilité de manipulation	+	-
13.	Nettoyage	+	-

Table 2 : Tableau récapitulatif de comparaison des technologies en batch et en continu

Légende : « ++ » très bon, « + » bon ; « - » pas bon ; « -- » mauvais

Cisaillement moyen

L'intérêt du mélangeur statique par rapport à la cuve agitée réside dans l'homogénéité (et reproductivité) du cisaillement qu'il offre, ce qui traduit aussi leur capacité importante de traiter des fluides complexes. Dans la cuve agitée, les zones à fort cisaillement (près des pales du mobile d'agitation) et celles à faible cisaillement (en s'éloignant de l'agitateur) causent des non homogénéités de la viscosité au sein du fluide Non-Newtonien. Ainsi, dans les zones à faible cisaillement, la viscosité du fluide est plus importante dans les zones bien agitées) et ce qui induit des gradients de températures plus importants.

D'autre part, il peut exister des limites sur le niveau et/ou la durée de cisaillement, que peut supporter ou que doit subir un fluide. Dans un mélangeur statique le niveau de cisaillement peut être contrôlé par la vitesse du fluide cependant le temps de passage et le cisaillement reste très court (de

l'ordre de quelques secondes) voir [Table 3](#). Ainsi, si la préparation des fluides nécessite une longue durée de cisaillement, l'utilisation de la cuve agitée est prioritaire.

Durée de l'opération/ durée d'occupation de la chaîne

Nous avons vu dans le [Chapitre V](#), qu'un mélangeur statique de 1m est capable de réaliser une trempe thermique d'environ 15°C en quelques secondes de temps de passage. Bien sûr dans le bilan global, le temps total de refroidissement de tout le volume de fluide doit être pris en compte (voir [Table 3](#)). Cependant si le fluide demande un refroidissement lent et contrôlé, l'utilisation de la cuve agitée est préconisée.

Homogénéité thermique

La bonne homogénéité thermique est un des atouts les plus importants des mélangeurs statiques. Cela, grâce à son mélange radial intense qui assure un profil de température homogène dans l'ensemble du tube (Hierle (1994)). La cuve agitée représente des gradients importants de température dans les zones stagnantes en s'éloignant des pales de l'agitateur.

Energie dissipée

Dans la [Table 3](#) nous présentons les différentes valeurs obtenues en terme de puissance dissipée et d'énergie dépensée pour le refroidissement de 60L de Carbopol 0,1% de 50°C à 35°C.

Les résultats montrent que la puissance dissipée par unité de masse de fluide est nettement plus importante pour le mélangeur statique. Mais la grandeur qui quantifie le coût énergétique de l'opération est l'énergie dissipée pour le refroidissement et de ce point de vue, le mélangeur statique est beaucoup plus intéressant que la cuve agitée.

Il faut noter également que nous avons un surplus de consommation d'énergie par les pompes utilisées pour la vidange des fluides et le transport vers l'unité de conditionnement (ou le stockage), si celle-ci ne se trouve pas juste après le process de refroidissement.

Technique utilisée pour le refroidissement de 50°C à 35°C de 60L de <u>Carbopol</u>	Cuve agitée	Cuve agitée + SMXL-E	Cuve agitée + SMXL-B
Conditions opératoires	N=127rpm	Mp=50kg/h	Mp=50kg/h
Cisaillement moyen (s ⁻¹)	30	550	400
Temps de séjour	1,8h	5s	5s
Temps d'opération (h) (pour le refroidissement de 60L)	1,8	1,2	1,2
Coefficient global (W/m ² K)	100	700	700
Puissance dissipée par unité de masse (W/kg)	0,25	27	16
Puissance (W)	15	1,7	1,0
Energie consommée (MJ) (pour le refroidissement de 60L)	97	7	4
Energie consommée pour l'homogénéisation durant la « vidange » de la cuve (MJ) ; (à 127rpm)	27 (en 0,5h)	65	65
Energie totale consommée (MJ)	124 (en 2,3h)	72 (en 1,2h)	69 (en 1,2h)

Table 3 : Comparaison des performances énergétiques de la cuve agitée et des configurations mixtes cuve agitée et mélangeur statique (SMXL-E et SMXL-B) pour le refroidissement de 60L Carbopol 0,1% de T_i=50°C à T_{r fin}=35°C

Volume à traiter

Dans le cas d'une petite production journalière de quelques tonnes, le choix de la cuve agitée seule est prioritaire. Pour des grandes quantités de production, la technologie en continu devrait être retenue.

Emplacement

Le mélangeur statique seul est très peu encombrant, cependant il faut prendre en compte la totalité de l'installation (comme les pompes et les bacs d'alimentation et de récupération). De ce fait nous pouvons conclure que l'emplacement nécessaire pour une cuve agitée est plus « optimisé » que pour une installation avec un mélangeur statique.

Sécurité

L'utilisation de mélangeurs statiques impose un travail sous pression. Des consignes de sécurité doivent être respectées.

Facilité de manipulation

Le passage au régime permanent est souvent difficile à gérer dans le cas d'utilisation de fluides visqueux (colmatage...). Le régime transitoire pose des difficultés lors du passage d'un procédé batch à un procédé continu.

Nettoyage

Les cuves agitées industrielles sont équipées d'un système de nettoyage (NEP). Dans le cas des mélangeurs statiques, il existe toujours la difficulté de nettoyage à cause du garnissage et leur structure fermée.

Nous pouvons constater que l'utilisation des mélangeurs statiques a son « pour » et son « contre ». Le choix d'intégrer et rajouter à l'installation une technique en continu (ou bien de remplacer entièrement la cuve agitée) vient des besoins et des critères propres à chaque opération et des contraintes à respecter. Le plus important atout des mélangeurs statiques est leur grande efficacité même en traitant des fluides rhéologiquement complexes, ce qui pour la cuve reste un point faible. De ce fait, si les critères les plus importants sont imposés par le fluide, le choix repose sur le mélangeur statique (voir [Figure 1](#)).

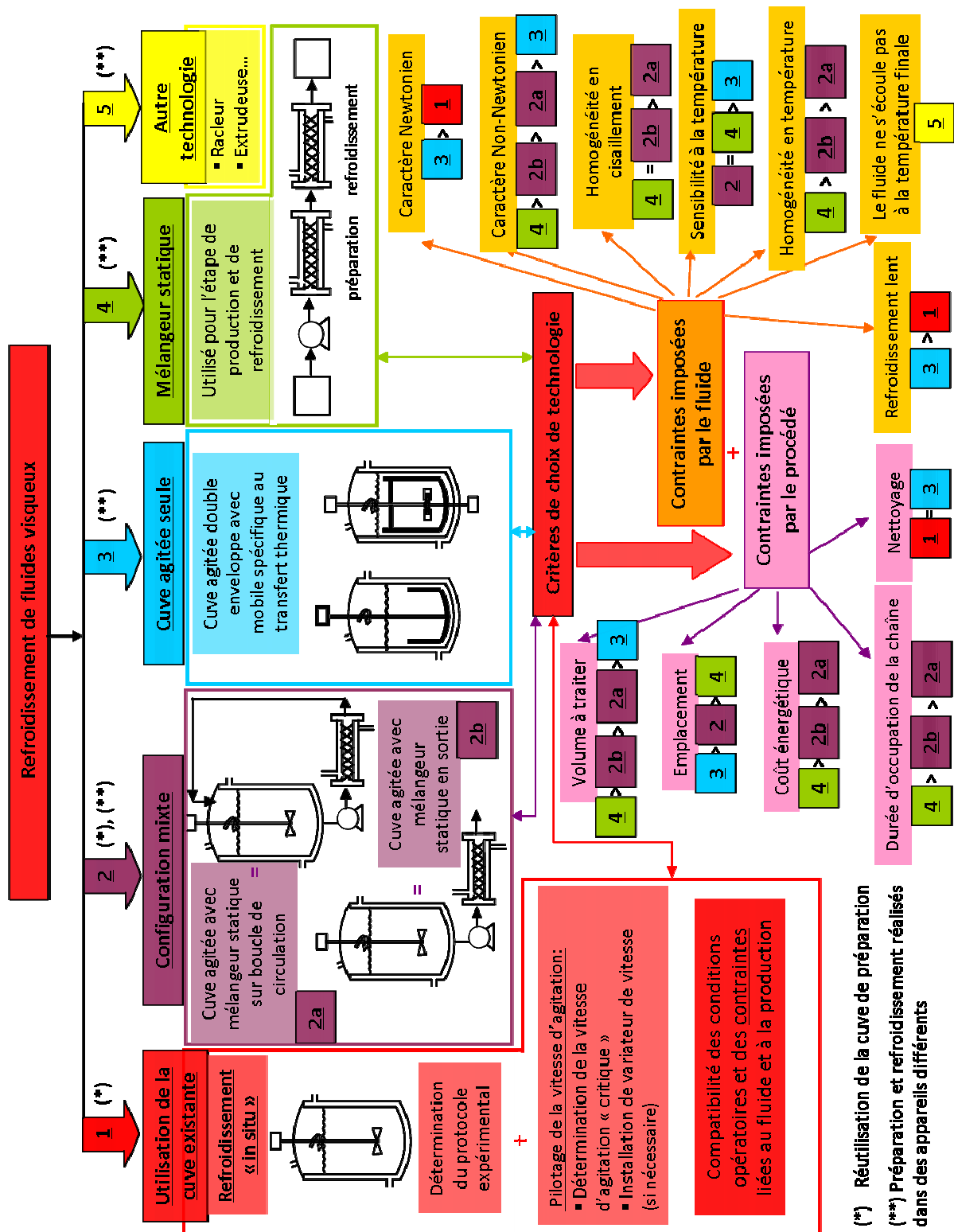


Figure 1 : Organigramme pour l'aide au choix d'un procès de refroidissement

Figure 1-10 Organigramme pour l'aide au choix d'un processus d'enrichissement					
Légende:		2	Configuration mixte	4	Mélangeur statique
1	Refroidissement « in situ »	3	Cuve agitée seule	5	Autre technologie

Le choix de technologie en fonction des différentes contraintes est noté par ordre de « priorités ».

III. Démarche pour le choix du process de refroidissement

Dans ce paragraphe nous présentons la démarche à mettre en place pour le choix de process de refroidissement (voir Figure 1).

1. Comportement rhéologique

Afin de choisir la technologie la mieux adaptée nous devons tout d'abord connaître le comportement rhéologique du fluide. Si le fluide à refroidir est Newtonien et sa viscosité est thermosensible (comme dans notre étude le Glycérol), le critère qui importe dans ce cas est si le fluide s'écoule à la viscosité finale (à la température finale). Ni la cuve agitée, ni les mélangeurs statiques ne peuvent traiter des fluides qui ne sont pas « liquides », on aura donc recours à d'autre technologie, telle que le racleur ou l'extrudeuse. Ainsi, le choix de la température finale du refroidissement est d'une grande importance. Si nous travaillons avec un fluide de nature Non-Newtonienne, le critère de cisaillement homogène doit être respecté. Le mélangeur statique peut réaliser cette tâche parfaitement.

2. Cisaillement supporté (autorisé) par le fluide

Dans le domaine de l'industrie agroalimentaire, par exemple, la texture du produit final est liée aux contraintes qu'il subit pendant la préparation et le refroidissement. Afin d'obtenir la texture souhaitée nous devons connaître la valeur minimale et la valeur maximale de cisaillements autorisés. Un cisaillement supérieur à la valeur maximale autorisée peut endommager de façon irréversible le produit final. D'autre part, pour la préparation de certains fluides, une valeur minimale de cisaillement doit être respectée (comme les fluides à seuil (ex. le Carbopol dans notre étude)).

3. Gamme de température : la température minimale et maximale autorisées

Comme nous avons mentionné dans le paragraphe 1, la température minimale de refroidissement (la température de fin de l'opération) doit être bien définie. Un contrôle de la température plus précis et plus « réactif » peut être réalisé par les mélangeurs statiques. Dans le cas de la cuve agitée l'effet d'inertie du système peut ralentir l'opération.

4. Niveau d'homogénéité thermique

Le choix de la technologie est fait en fonction des critères d'homogénéité thermique au sein du fluide. Pour certains fluides, on a des critères stricts d'homogénéité et la non homogénéité peut être la cause d'un produit non conforme en qualité. Par exemple, la présence de grains de solides qui auraient cristallisé à cause des gradients de la température.

5. Volume à traiter

Comme nous avons dit, la rentabilité d'utilisation d'une technique en continu n'apparaît qu'à partir de plusieurs tonnes par jour de production. Pour les petites unités de production la cuve agitée reste l'outil le plus adapté.

IV. Perspectives

Le refroidissement de fluides visqueux est une étape importante dans de nombreuses productions industrielles. Le choix de la technologie de refroidissement reste un point crucial et difficile à prendre. Le point clé est d'adapter la technologie en fonction des caractéristiques et de la qualité finale du produit. La cuve agitée, reste un outil commode et d'autres études sont à prévoir afin d'améliorer son efficacité.

Des études supplémentaires et approfondies des écoulements générés, durant les différentes configurations de pilotages, doivent être réalisées, en mettant en œuvre des mesures locales des vitesses du fluide (technique laser) ainsi que des simulations numériques. Ces études permettront de mieux comprendre l'effet de changement de la vitesse d'agitation durant le refroidissement et ainsi de mieux définir les vitesses d'agitation et les durées des différentes étapes du pilotage.

Il aurait été intéressant de compléter ces travaux avec l'étude du refroidissement d'un fluide Non-Newtonien sans seuil d'écoulement. Un critère de vitesse d'agitation critique, basé sur les nombres sans dimensions pourrait être également établi.

Si nous avons pu comparer les expériences de refroidissement en terme d'énergie consommée, il aurait été intéressant d'approfondir l'analyse énergétique et de réaliser des bilans d'entropie et d'exergie. Ces bilans pourront révéler des énergies récupérables, ouvrant ainsi des perspectives d'économie d'énergie.

Nous avons défini expérimentalement la constante K_γ en fonction du fluide pour les deux types de mélangeurs statiques. Nous avons pu observer que la constante K_γ croît avec l'augmentation de l'indice de comportement. Ainsi il aurait été intéressant de corrélérer cette dépendance en étudiant une plus large gamme d'indice de comportement.

Enfin, l'extrapolation de l'étape de refroidissement en mélangeur statique reste à étudier. L'influence de changement d'échelle sur la consommation énergétique et sur l'efficacité thermique doit être déterminée. Une étape de simulation numérique, complétée par une validation expérimentale, pourrait permettre d'éliminer les paramètres d'extrapolation les plus pertinents.

Le couplage des mobiles d'agitation est très courant dans la pratique : un agitateur classique comme l'hélice ou la turbine (nécessaire pour l'étape de préparation du fluide) est couplé à un agitateur de type tangentiel tel que l'ancre (adressé à l'étape de refroidissement). Il aurait été intéressant d'étudier l'influence du pilotage de la vitesse d'agitation sur une telle configuration complexe.

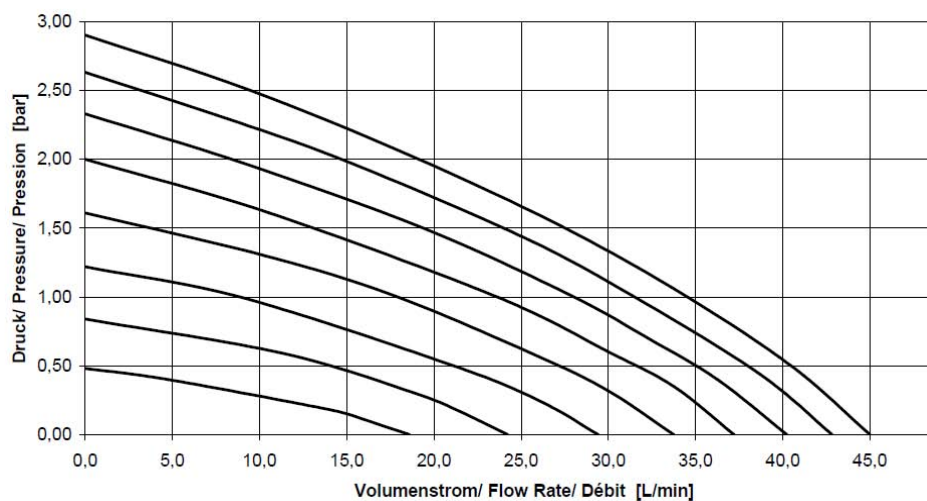
Nous n'avions pas eu la possibilité technique de changer le sens de rotation de l'agitateur au cours du pilotage. Cela peut être intéressant dans l'objectif de modifier les champs des écoulements et de diminuer ainsi les zones mortes et stagnantes.

Même si les mélangeurs SMXL-E et SMXL-B ont une géométrie différente, ils possèdent des designs relativement fermés et leurs performances thermiques restent très proches. Il aurait été intéressant de comparer leurs performances à des designs plus ouverts tel que le modèle Kenics (KMS).

ANNEXES

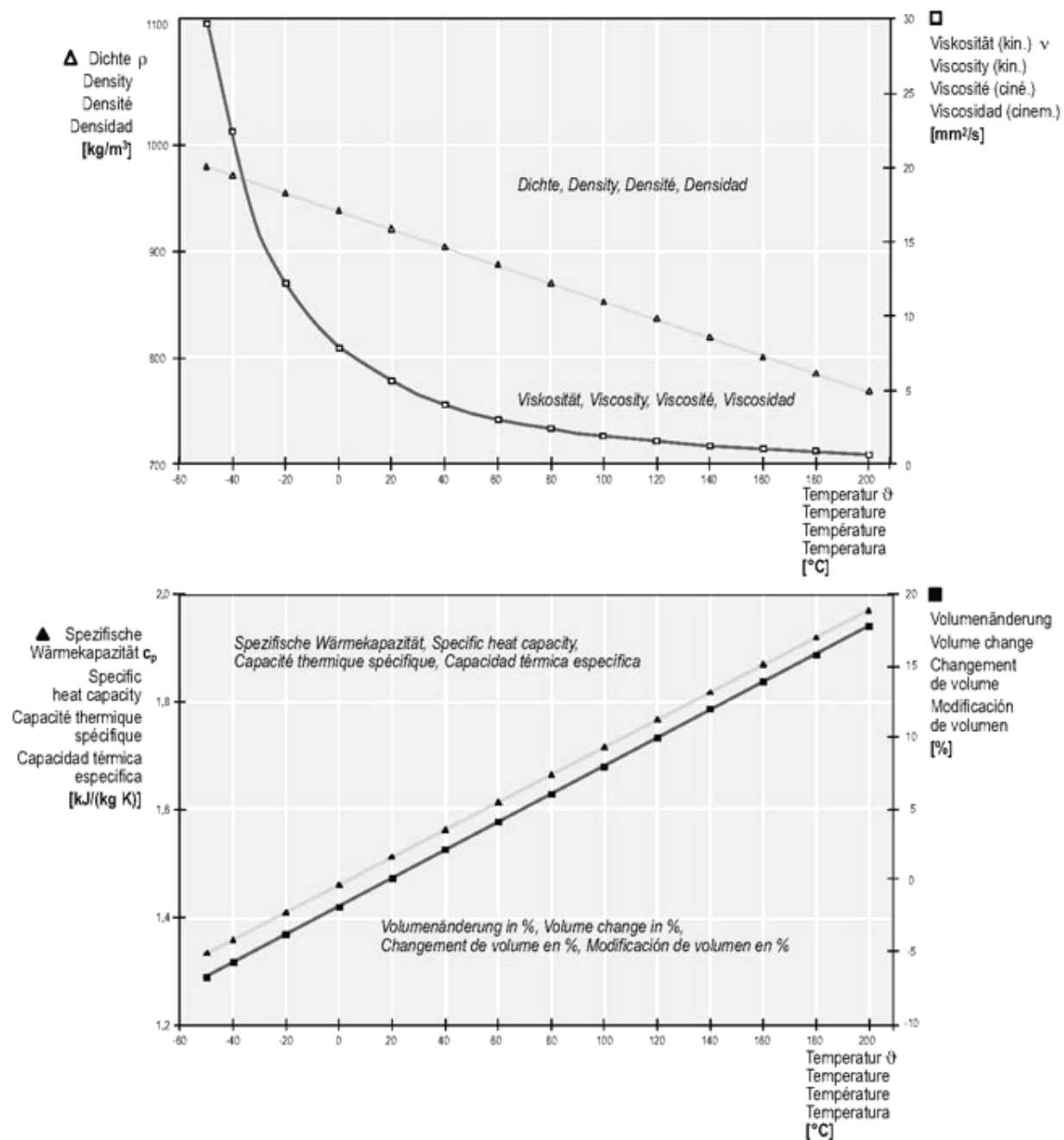
ANNEXE A

Bain Thermostaté Lauda



ANNEXE 1 : Courbes caractéristiques de la pompe intégrale XT 150 Lauda (T=25°C)

L'huile caloporteur est Kryo 55. (de -50 à 200°C). Ci-dessous les courbes caractéristiques des propriétés physico-chimiques de l'huile :



ANNEXE 2 :

Double enveloppe, débit d'écoulement

La pompe du bain thermostaté Lauda fonctionne à 8 niveaux (c'est-à-dire du niveau 1 (correspondant au débit le plus faible) au niveau 8- correspondant au débit maximal de la pompe). Pour chaque niveau de fonctionnement une valeur de Δp est affichée. Cette perte de charge dépend de la géométrie de l'installation, les obstacles que le fluide caloporteur rencontre sur le chemin et de température de fonctionnement (caractéristiques physico-chimiques du fluide).

Niveau de pompe	Vitesse (m/s)	Débit (L/h)	M (kg/h)	Re	Pression (bar)
niveau 1	0,212	420	386	599	0,31
niveau 2	0,395	780	718	1112	0,5
niveau 3	0,486	960	883	1369	0,73
niveau 5	0,607	1200	1104	1711	1,2
niveau 7	0,698	1380	1270	1967	1,5
niveau 8	0,759	1500	1380	2138	1,69

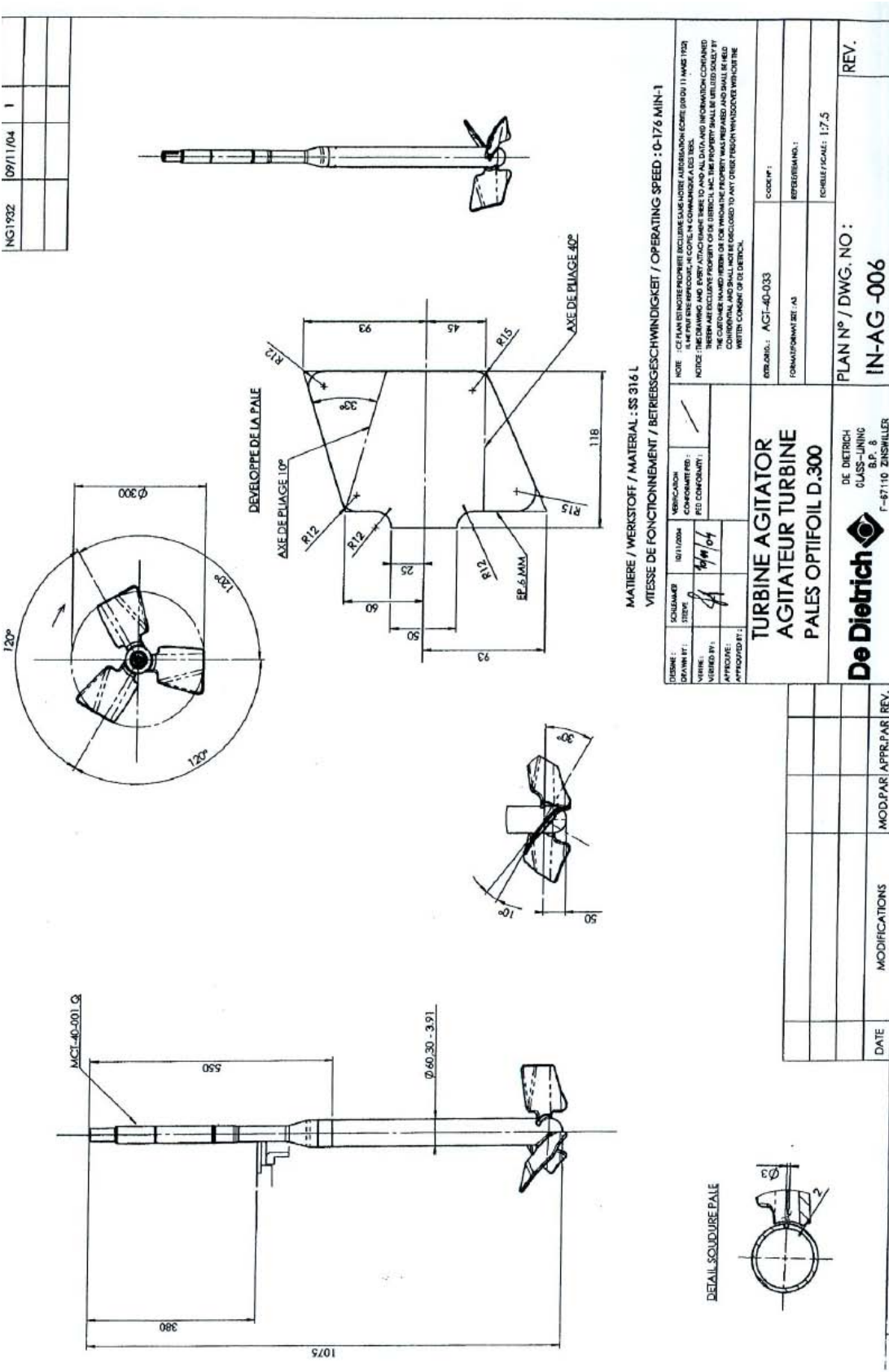
ANNEXE 3 : Débits d'écoulement et pertes de charge correspondantes pour le fluide utilisé

Température (°C)	Densité (kg/m ³)	Viscosité cinématique (mm ² /s)
20	867	—
40	—	32
100	818	5,05
200	758	1,28
300	696	0,63

**ANNEXE 4 : Caractéristiques de l'huile de transfert thermique : Thermelf ETA 32 (bain thermostaté
Vulcatherm)**

ANNEXE B

Mobile d'agitation Optifoil



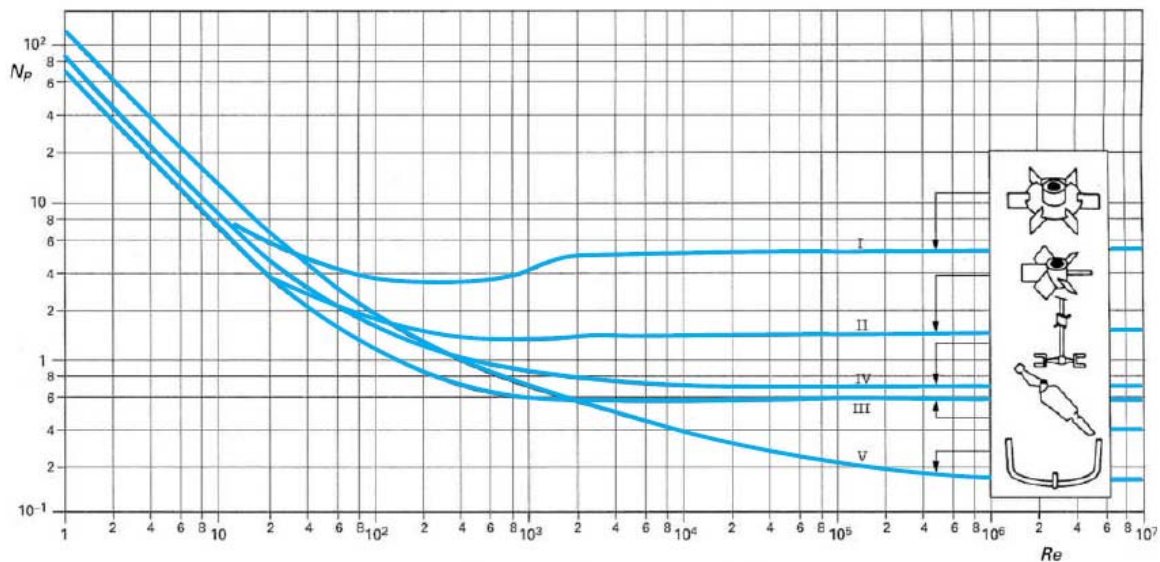
ANNEXE C

Nombre de puissance des mobiles d'agitation

En raison de contraintes techniques, la mesure du couple du moteur d'agitation n'était pas possible dans aucun des cas d'étude en cuve agitée. Ainsi nous avons utilisé des corrélations de la littérature (ou du constructeur pour le réacteur De Dietrich) afin d'estimer le nombre de puissance. Ces corrélations sont présentées ci-dessous :

1. Mobile de proximité Ancre (cuve agitée RC1)

Nous avons utilisé le diagramme de Roustan

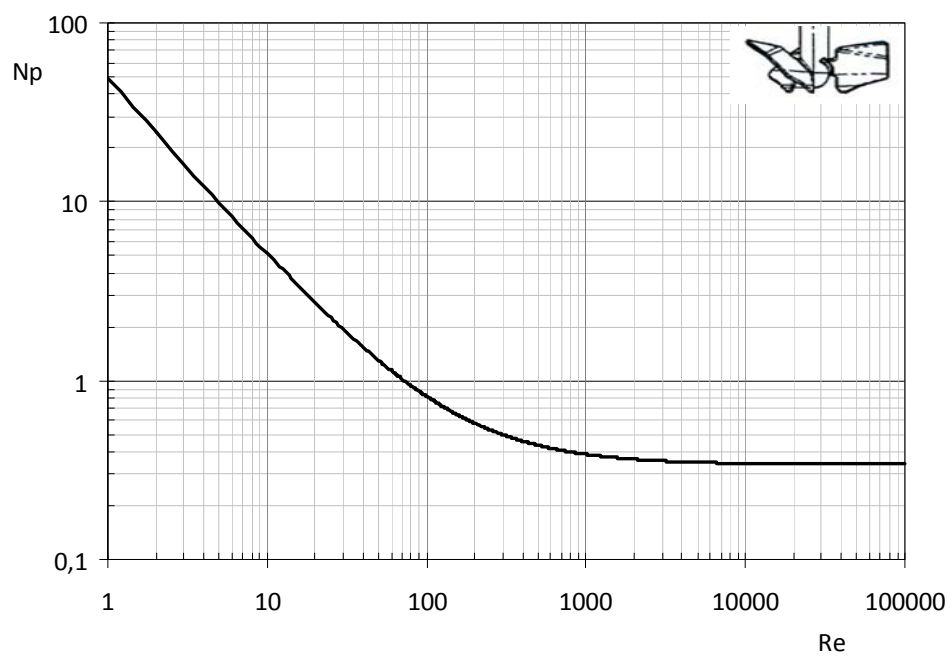


2. Mobile Optifoil (cuve agitée De Dietrich)

La corrélation de $N_p=f(Re)$ est fournie par le constructeur De Dietrich :

$$N_p = 0,34 + \frac{47,75}{Re} + \frac{0,8168}{Re^2}$$

IV-1



ANNEXE D

Evolution de la puissance dissipée par unité de volume au cours du temps de refroidissement

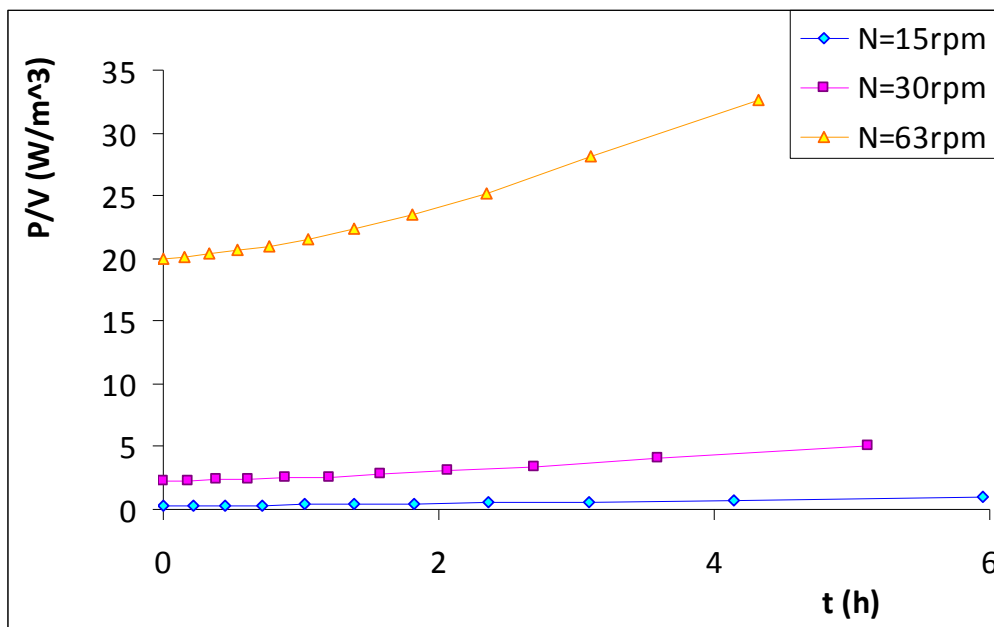


Figure IV- 20 : Puissance par unité de volume vs le temps (Glycérol)

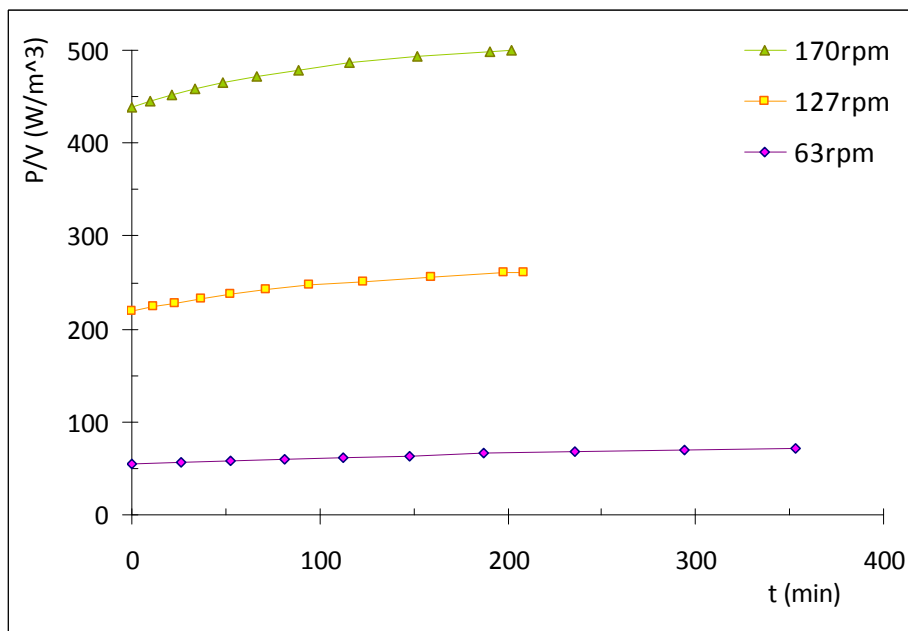


Figure IV- 21 : Puissance par unité de volume vs le temps (Carbopol (1))

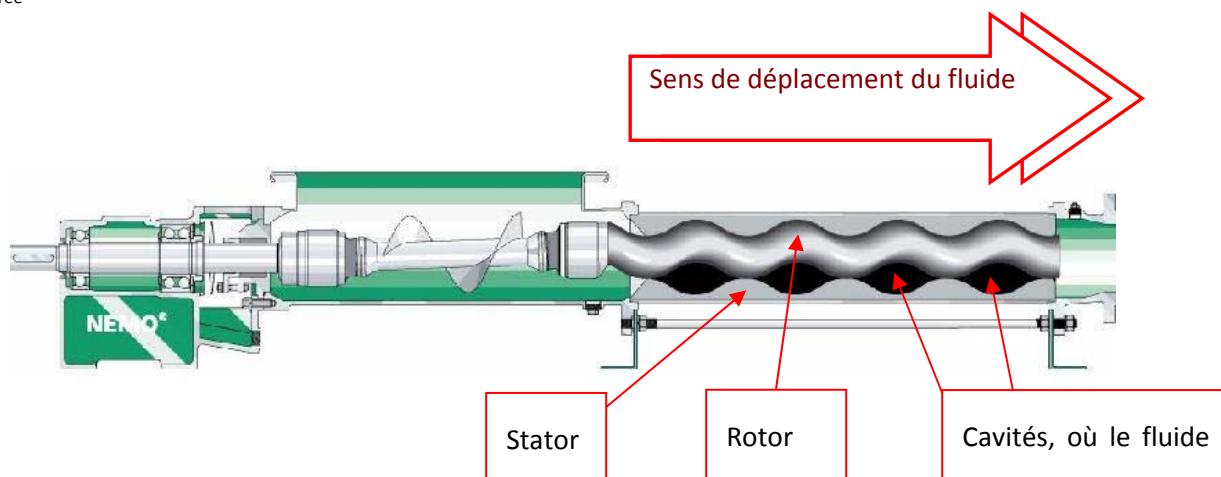
ANNEXE E

Pompe Moineau

Pompe NEMO Netzsch de la société NETZSCH ($p_{\max}=40\text{bar}$) NM008 SY 12S 48B

Débit max $\approx 50\text{L/h}$

$T_{\text{entrée}}$ max $\approx 55^{\circ}\text{C}$



ANNEXE 5 : Schéma de fonctionnement de la pompe Nemo

NOMENCLATURE

Lettres latines

A	m ²	Surface d'échange de chaleur
A ₁	-	Constante dans $Nu = A_1 \cdot Re^a \Pr^b \left(\frac{\mu}{\mu_w} \right)^c$
c	m	Entrefer
C ₁	-	Constante dans l'équation f.Re=C ₁ et NeRe=C ₁
C ₁ * et C ₂ *	-	Constantes dans l'équation : $\frac{1}{U} = C_1^* + \frac{1}{C_2^* N^{2/3}}$
C _p	J/kgK	Capacité calorifique
D	m	Diamètre mobile d'agitation
D _h	m	Diamètre hydraulique
D _t	m	Diamètre de tube
e	-	Facteur d'efficacité
e	m	Epaisseur de la paroi
e'	%	Efficacité d'un échangeur de chaleur
E	W.h	Energie
e*	-	Emissivité
f	-	Facteur de friction
FPT	m/Ks	Facteur des performances thermiques
H	m	Hauteur du fluide dans la cuve
h _j	W/m ² K	Coefficient d'échange de chaleur local côté fluide utilisé
h _r	W/m ² K	Coefficient d'échange de chaleur local côté fluide visqueux
L	m	Longueur de tube
L _E	m	Longueur d'un élément du mélangeur statique
M	kg	Masse
\dot{M}_p	kg/s	Débit massique du fluide procédé
\dot{M}_u	kg/s	Débit massique du fluide utilisé
m	Pa.s ⁿ	Consistance
N	rpm (tr/s)	Vitesse d'agitation
n	-	Indice de comportement
Ne	-	Nombre de Newton

P	W	Puissance d'agitation
P_p	W	Puissance de pompage
Q	W	Quantité de chaleur échangée
Q_v	m^3/s	Débit volumique
T	m	Diamètre de cuve
t	h	Temps/ durée de refroidissement
T_f	°C	Température du fluide au fond de réacteur
$T_{j,(i,o)}$	°C	Température du fluide entrée/ sortie double enveloppe
$T_r (i, fin)$	°C	Température du fluide dans le réacteur (initiale, finale)
U	W/m^2K	Coefficient d'échange de chaleur global
u_0	m/s	Vitesse moyenne de fluide en tube vide
v	m/s	Vitesse périphérique
V	m^3	Volume
V_{lib}	m^3	Volume libre
V_{tv}	m^3	Volume du tube lisse

Lettres grecques

$\dot{\gamma}$	s^{-1}	Taux de cisaillement moyen
μ, μ_a	Pa.s, Pa.s ⁿ	Viscosité, viscosité apparente
μ_w	Pa.s	Viscosité du fluide à la paroi
Δp	Pa	Perte de charge
ε	-	Porosité, degré de vide
ε_m	(W/kg)	Puissance spécifique dissipée
λ	W/mK	Conductivité thermique
ρ	kg/m^3	Masse volumique
τ_0	Pa	Contrainte seuil
τ_w	Pa	Contrainte seuil à la paroi

Nombres adimensionnels

A^*	-	Constante dans l'équation $NpRe=A^*$
f	-	Facteur de friction
G	-	Tortuosité
K_g	-	Constante de cisaillement
K_{MO}	-	Constante de Metzner et Otto
Ne	-	Nombre de Newton

Np	-	Nombre de puissance
Nu	-	Nombre de Nusselt
Pe	-	Nombre de Peclet
Pr	-	Nombre de Prandtl
Re	-	Nombre de Reynolds
Z	-	Coefficient de pression

Abréviations

MS	-	Mélangeur statique
TL	-	Tube lisse
SMXL-E	-	Mélangeur statique SMXL de type Ellypse
SMXL-B	-	Mélangeur statique SMXL de type Bande

OUVRAGES UTILES

Chhabra R. P. and Richardson J. F., 2008, Non-Newtonian flow and applied rheology, engineering applications, 2nd edition, Butterworth-Heinemann

Kern D. Q., 1950, Process Heat Transfer, McGraw-Hill, Inc., New York

Maroulis Z. and B., Saravacos, G., D., 2003, Food Process design, Marcel Dekker, Inc.

Nagata S., 1975, Mixing: Principles and Applications, Wiley, New York

Paul E. L., Atiemo-Obeng V. A. and Kresta S. M., 2004, Handbook of Industrial Mixing, Wiley, New York

Perry R. H., and Green D., 1984, Perry's Chemical Engineers' Handbook, 6th ed., McGraw-Hill, Inc., New York

Xuereb C., Poux M. and Bertrand J., 2006, Agitation et Mélange, Dunod, Paris

Zlokarnik M., 2001, Stirring: Theory and Practice, Wiley-VCH, New York

Zlokarnik M., 2006, Scale-up in Chemical Engineering, 2nd Edition, Wiley-VCH, New York

REFERENCES

A

Afoakwa E. O., Paterson A., and Fowler M., 2008, Factors influencing rheological and textural qualities in chocolate - a review, *Innovative Food Science and Emerging Technologies* 9; 527–533

Al Taweel A. M., Walker L. D., 1983, Liquid dispersion in static in-line mixers, *Canadian Journal of Chemical Engineering*, Vol. 61, 527-533

Alloca P. T., 1982, Mixing efficiency of static mixing units in laminar flow, *Fiber Producer*, 12-19

Anxionnaz Z., 2009, Etude de l'influence de la géométrie des canaux sur les performances d'un échangeur/réacteur, Thèse de doctorat

Anxionnaz Z., Cabassud M., Gourdon C. and Tochon P., 2008, Heat exchanger/reactors (HEX reactors): Concepts, technologies: State-of-the-art, Review, *Chemical Engineering and Processing* 47 2029–2050

B

Bayer T., Himmler K., Hessel V., 2003, Don't be baffled by static mixers, Feature report, *Chemical engineering*, www.che.com

Bayer T. and Himmler K., 2005, Mixing and organic chemistry, Review, *Chem. Eng. Technol.* 28, N°3

Beal C. and Sodini I., 2003, Fabrication des yaourts et des laits fermentés, *Techniques de l'ingénieur*, Référence F6315

Beckner J. L. and Smith J. M., Anchor agitated systems: power input with Newtonian and pseudoplastic fluids, *Trans. Instn. Chem. Engrs.*, 44, p. 224-361966, *Trans. Inst. Chem. Engrs.* 44

Beek W. J., (1974). *Fysische technologie en polymeerverwerking*. The Netherlands: Polytechnisch tijdschrift

Bertrand J. and Couderc J. P., 1985, Etude numérique des écoulements générés par une ancre dans le cas de fluides visqueux, Newtoniens ou pseudoplastiques. Entropie 125/126, 48–59

Bird R. B., Stewart W. E., Lightfoot E. N., 1924, Transport Phenomena, 2nd Edition, John Wiley and Sons, New York, Chapter 6, 177 – 184

Bohnet M. and Kalbitz H., (1988), Rohrwärme- austauscher mit statischen Mischelementen für hochviskose Newtonsche Flüssigkeiten, Chem.-Ing.-Tech. 60, p. 910-911

Bohnet M., Kalbitz H., Németh J., Pazmany J., 1990, Improvement of forced convection heat transfer by using static mixers, Proceeding Int. Act. Conference, INTC, Jerusalem, 315- 320

Bolliger S., Breitschuh B., Stranzinger M., Wagner T. and Windhab E. J., 1998, Comparison of Precrystallization of Chocolate Journal of Food Engineering 35, 281-297

Bourne J. R., Buerli M. and Regenass W., 1980, Heat transfer and power measurements in stirred tanks using heat flow calorimetry, Chemical engineering science, Vol. 36, pp. 347-354

Bourne J. R., Joachim Lenzner J. and Petrozzi S., 1992, Micromixing in Static Mixers: An Experimental Study, Ind. Eng. Chem. Res., Vol. 31, No. 4

Brown R. W., Scott R. and Toyne C., 1947, An investigation of heat transfer in agitated jacketed cast iron vessels, Trans. Inst. Chem. Engrs., N°25, pp. 181-190

C

Calderbank P. H. and Moo-Young M. B., 1959, The prediction of power consumption in the agitation of non-newtonian fluids. Trans. Instn. Chem. Eng., 37, pp. 26-33

Carreau P. J., Charest G. and Corneille J. L., 1966, Heat transfer to agitated non-Newtonian fluids, Can J Chem Eng, 44: 3–8.

Caussanel-Laurent O., 1990, Agitation Industrielle de Fluides Visqueux Newtoniens et Pseudoplastiques Approches Experimentale et Numerique, Ph.D. Thesis, INPT, France

Chapman F. S. and Holland F., 1965, Heat transfer correlations for agitated liquids in process vessels, Chemical Engineering, 18, 153-158

Chemineer, site web, <http://www.chemineer.com>

Chhabra R. P., 2003, Fluid mechanics and heat transfer with Non-Newtonian liquids in mechanically agitated vessels, Advances in heat transfer, Vol. 37

Chhabra R. P., Richardson J. F., 1999, Non-Newtonian Flow in the Process Industries; Fundamentals and Engineering Applications, Butterworth-Heinemann

Chhabra R. P., Richardson J. F., 2008, Non-Newtonian flow and applied rheology, engineering applications, 2nd edition, Butterworth-Heinemann

Childs P. R. N., Thermo-Fluid Mechanics Research Centre University Of Sussex Brighton, United Kingdom BN1 9QT Advances in Temperature Measurement (Heat transfer, volume 36)

Chilton T. H., Drew T. B., Jebens R. H., 1944, Heat transfer in agitated vessels, Industrial and engineering chemistry, Vol.36, N°6

Curran S. J., Hayes R. E., Afacan A., Williams M. C., Tanguy P. A., 2002, Properties of Carbopol solutions as models for yield-stress fluids, J. Food Sci. 67 (1), 176–180

Cybulski A., Werner K., 1986, Static mixers – criteria for applications and selection, International Chemical Engineering, Vol. 26, N°1, 171-179

D

Delaplace G., Torrez C., Leuliet J.-C., Belaubre N., Andre C., 2001, Experimental and CFD simulation of heat transfer to highly viscous fluids in an agitated vessel equipped with a non standard helical ribbon impeller, Trans IChemE, Vol. 79, Part A

Delaplace G., Demeyre J. F., Guérin R., Debreyne P., Leuliet J. C., 2005, Determination of representative and instantaneous process side heat transfer coefficients in agitated vessel using heat flux sensor, Chemical Engineering and Processing 44

Delaplace G., Guerin R., 2006, Mélange des produits pâteux, Caractéristiques d'un système agité, Techniques de l'Ingénieur, Paris, F3350

Delaplace G., Guerin R., Leuliet J.-C. and Chhabra R. P., 2006, An analytical model for the prediction of power consumption for shear-thinning fluids with helical ribbon and helical screw ribbon impellers, Chem. Eng. Sci. 61, 3250-3259

Delaplace G., Thakur R. K., Bouvier L., Leprêtre C., Ilnyzckij C., André C., Nouar C., 2008, Influence of rheological behavior of purely viscous fluids on analytical residence time distribution in straight tubes, Chem. Eng. Technol., 31, N° 2, 231-236

Desplanches H., Chevalier J. L., Mélange des milieux pâteux de rhéologie complexe. Théorie et pratique, Techniques de l'ingénieur

E

Eimsa-ard S., Thianpong C., Eimsa ard P., 2010, Turbulent heat transfer enhancement by counter/co-swirling flow in a tube fitted with twin twisted tapes Experimental Thermal and Fluid Science 34, 53–62

F

Fleury P.-A., 1993, Polymérisation du méthacrylate de méthyle à haute température, Ph.D. thesis: Département de Chimie Thesis N°1986, École Polytechnique Fédérale de Lausanne (Lausanne)

G

Goldstein R. J., Chen P. H., Chiang H. D., 1998, Chapter 16, Measurement of Temperature and Heat Transfer, in Handbook of Heat transfer by Rohsenow, W., M., Hartnett, J., P., Cho, Y., I., Third Edition, MCGRAW-HILL

H

Hagedorn D. and Salamone J. J., 1967, Batch heat transfer coefficients for pseudoplastic fluids in agitated vessels. Ind. Eng. Chem. Process Des. Dev. 6, 469–475.

Heierle A., 1994, "Statische Mischer - Wärmetauscher", Chemie-Anlagen verfahren, 7

Heywood N. I., Viney L. J., Stewart I. W., 1984, Mixing efficiencies and energy requirements of various motionless mixer models for laminar mixing application, symposium Series n°89

Installations pilotes dans le laboratoire- les réacteurs de laboratoire RC1e, publié par Mettler Toledo

J

Jaisankar S., Radhakrishnan T. K., Sheeba K. N., 2009, Experimental studies on heat transfer and friction factor characteristics of forced circulation solar water heater system fitted with helical twisted tapes, Solar Energy 83, 1943-1952

K

Kalbitz H., Bohnet M., (1991) Einfluß statischer Mischer auf den Wärmeübergang und den Druckverlust in Rohrwärmeaustauschern, Chem. Ing. Tech., Vol. 63, Issue 3, p. 270-271

Kern D. Q., 1950, Process Heat Transfer, McGraw-Hill, Inc., New York

L

Langer G., Werner U., Saed M., 1987, Die widerstandscharakteristik statischer Mischer bei Einsatz viskoelastischer Flüssigkeiten, VDI-Fortschritt-Berichte, Reihe 3, N°145

Lee W. Y., Cho Y. I., Hartnett J. P., 1981, Thermal conductivity measurements of Non-Newtonian fluids, Lett. Heat Mass Transfer 8, 255–259

Li H. Z., Fasol C., Choplin L., 1997, Pressure drop of Newtonian and non-Newtonian fluids across a Sulzer SMX static mixer, Trans IChemE, Vol. 75, Part A, 792-796

Li H. Z., Fasol C., Choplin L., 1996, Hydrodynamics and heat transfer of rheologically complex fluids in a Sulzer SMX static mixer, Chemical Engineering Science, Vol. 51, N°10, 1947-1955

Liu S., Hrymak A., Wood P., 2006, Laminar mixing of shear thinning fluids in a SMX static mixer, Chemical engineering science 61, 1753-1759

Loisel C., Keller G., Lecq G., Launay B., and Ollivon M., 1997, Tempering of Chocolate in a Scraped Surface Heat Exchanger, Journal of Food Science, Volume 62, No. 4

Loulou T., Peerhossaini H., Bardon J. P., 1992, Etude expérimentale de la conductivité thermique de fluides non-Newtoniens sous cisaillement application aux solutions de Carbopol 940, Int. J. Heat Mass Transfer 35 (10) 2557–2562

Lubrizol, 2009, Technical Data Sheet, Neutralizing Carbopol and Pemulen Polymers in Aqueous and Hydroalcoholic Systems, TDS-237

Lundsford K. M., 1998, Increasing heat exchanger performance, Bryan Research and Engineering, Inc.-Technical Paper

M

Maleky F., Marangoni A. G., 2008, Process development for continuous crystallization of fat under laminar shear, Journal of Food Engineering 89; 399–407

Maroulis Z. B., Saravacos G. D., 2003, Food Process design, Marcel Dekker, Inc

Meyer C. F., 2005, Static mixing technology in the textile fibers industry for improved quality and production flexibility, Sulzer Chemtech, Inc

Mohan P., Nicholas A., Al-Hassan T., 1992, Heat transfer to Newtonian fluids in mechanically agitated vessels, Experimental Thermal and Fluid Science 5, 861-883

Morançais P., Hirech K., Cernelle G., Legrand J., 1999, Friction factor in static mixer and determination of geometric parameters of SMX Sulzer mixers, Chemical Engineering Communications, Vol. 171, 77-93

Myers C.F., 1997, Static Mixing Technology in the textile fibers Industry for improved quality and production flexibility, SulzerChemtech USA, Inc

Myers K. J., Bakker A., Ryan D., 1997, Avoid Agitation by Selecting Static Mixers, Chemical Engineering Progress, June, 28–38

N

Niedzielska A., Kuncewicz Cz., 2005, Heat transfer and power consumption for ribbon impellers. Mixing efficiency, Chemical Engineering Science 60, 2439 – 2448

Nising P., 2006, High-temperature radical polymerization of methyl methacrylate in a continuous pilot scale process. Ph.D. Thesis, École Polytechnique Fédérale de Lausanne (Lausanne)

Nouar C., Devienne R., Lebouché M., 1994, Convection thermique pour un fluide de Herschel-Bulkley dans la région d'entrée d'une conduite, *Int. J. Heat and mass transfer*, Vol. 37, No. 1, pp 1-12

P

Paul E. L., Atiemo-Obeng V. A. and Kresta S. M., 2004, *Handbook of Industrial Mixing*, Wiley, New York

Peixinho J., Desaubry C., Lebouché M., 2008, Heat transfer of a non-Newtonian fluid (Carbopol aqueous solution) in transitional pipe flow *International Journal of Heat and Mass Transfer* 51, 198–209

Perry R. H., and Green D., 1984, *Perry's Chemical Engineers' Handbook*, 6th ed., McGraw-Hill, Inc., New York

Popovska F. and Wilkinson W. L., 1977, Laminar heat transfer to Newtonian and non-Newtonian fluids in tubes, *Chemical engineering science*, Vol. 32, pp. 1155-1164

R

Rai C. L., Devotta I., Rao P. G., 2000, Heat transfer to viscous Newtonian and non-Newtonian fluids using helical ribbon agitator, *Chemical Engineering Journal* 79 (2000) 73–77

Rakoczy R., Masiuk S., Kordas M., Gradzik P., 2010, The effects of power characteristics on the heat transfer process in various types of motionless mixing devices, *Chemical Engineering and Processing*, doi:10.1016/j.cep.2011.07.001

RC1e user Guide, RC1e High Performance Thermostat METTLER TOLEDO

Rogez J., Le Coze J., 2009, *Mesure des températures. Questions à se poser avant la mesure*, Techniques de l'ingénieur, R2516

Rozzi S., Massini R., Paciello G., Pagliarini G., Rainieri S., Trifiro A., 2007, Heat treatment of fluid foods in a shell and tube heat exchanger: Comparison between smooth and helically corrugated wall tubes, *Journal of Food Engineering* 79, 249–254

S

Saha S. K., Dutta A., Dhal S. K., 2001, Friction and heat transfer characteristics of laminar swirl flow through a circular tube fitted with a regularly spaced twisted-tape elements, *International journal of Heat and Mass Transfer* 44, 4211-4223

Sandall O. C. and Patel K. G., 1970, Heat transfer to non-Newtonian pseudoplastic fluids in agitated vessels. *Ind. Eng. Chem. Process Des. Dev.* 9, 139–144.

Semmar N., Tanguier J. L., Rigo M. O., 2003, Specific heat of carboxymethyl cellulose and Carbopol aqueous solutions, *Thermochimica Acta* 402, 225–235

Shah N. F., Kale D. D., 1991, Pressure drop for laminar flow of non-Newtonian fluids in static mixers, *Chemical Engineering Science*, Vol. 46, N°8, 2159-2161

Shah N. F., Kale D. D., 1992, Pressure drop for laminar flow of non-Newtonian fluids in static mixers, *Chemical Engineering Science*, Vol. 47, N°8, 2097-2100

Shah N. F., Kale D. D., 1992, Two-phase, gas-liquid flows in static mixers, *AIChE Journal*, Vol. 38, N°2, 308-310

Shamlou P. A, 1980, Heat transfer in mixing at low Reynolds number, PHD Thesis

Shamlou P. A. et Edwards M. F., 1986, Heat transfer to viscous Newtonian and Non-Newtonian fluids for helical ribbon mixers, *Chemical engineering science*, Vol. 41, pp. 1957-1967

Sieder E. N., Tate G. E., 1936, Heat Transfer and Pressure Drop of Liquids in Tubes, *Ind. Engng. Chem.* 28, p. 1429-1435

Streiff F. A., 1977, In-line dispersion and mass transfer using static mixing equipment, *Sulzer Technical Review*, 108-442

Streiff F. A., Jaffer S., Schneider G., 1999, The design and application of static mixer technology, 3rd International Symposium on Mixing in Industrial Processes, Osaka, Japan, 107

Streiff F. A., Jancic S. J., 1984, Use of static mixer packing in a counter current extraction columns, German Chemical Engineering, Vol. 7, 178-183

Streiff F. A., Mathys P., Fischer T. U., 1997, New fundamentals for liquid-liquid dispersion using static mixers, Récents Progrès en Genie des Procédés, Vol. 11, N°51, 307–314

Streiff F. A., Jaffer S., Schneider G., 1999, The design and application of static mixer technology, 3rd International Symposium on Mixing in Industrial Processes, Osaka, Japan, 107-114

Strek F. and Poland S., 1967, Heat transfer in liquid mixers, International Chemical Engineering, Vol.7, N°4, 697-702

Sulzer, site web, <http://www.sulzerchemtech.com>

T

Tauscher W., 1996, Static mixing and reaction technology, Chemical and Petroleum Engineering, Vol. 32, N°3

Thakur R. K., Vial C., Djelveh G. and Labbafi M., 2004, Mixing of complex fluids with flat-bladed impellers : effect of impeller geometry and highly shear-thinning behaviour, Chem. Eng. Process. 43, 1211-1222

Thakur R. K., Vial Ch., Nigam K. D. P., Nauman E. B. and Djelveh G., 2003, Static Mixers in the Process Industries – A Review, Trans IChemE, Vol. 81, Part A, 787-826

Theron F., 2009, Conception et mise en oeuvre d'un procédé intensifié continu de microencapsulation par polycondensation interfaciale, PHD thesis

Thonon B., Tochon P., 2004, Compact multifunctional heat exchangers: a pathway to process intensification in Re-engineering the chemical processing plant, ed. by Stankiewicz, A. and Moulijn, J., Marcel Dekker, New York, pp: 121-127

U

Uhl V. W., 1966, Heat transfer to viscous materials in jacketed agitated kettles, Chemical engineering process symposium series, Heat transfer, N°17, Vol. 51

Van Der Meer Th. H. and Hoogendoorn C. J., 1978, Heat transfer coefficient for viscous fluids in a static mixer, Chemical engineering science Vol. 33, pp 1277-1282

Visser J. E., Rozendal P. F., Hoogstraten H. W., Beenackers A. A. C. M., 1999, Three-dimensional numerical simulation of flow and heat transfer in the Sulzer SMX static mixer, Chemical Engineering Science 54, 2491-2500

W

Wang J.-J., Feng L.-F., Gu X.-P., Wang K. and Hu C.-H., 2000, Power consumption of inner-outer helical ribbon impellers in viscous Newtonian and Non-Newtonian fluids, Chem. Eng. Sci. 55, 2339

White Frank, M., Viscous fluid flow, McGraw-Hill, Inc., 1991, 2nd ed.

Wilkinson W. L., Cliff M. J., 1977, An investigation into the performance of a static in-line mixer, Proceedings of the Second European Conference on Mixing, 30th March – 1st April, St John's College, Cambridge, England, 15-29

Wondcharee and Eimsa-ard, 2010, Heat transfer enhancement by twisted tapes with alternate-axes and triangle, rectangular and trapezoidal wings, Chemical Engineering and Processing, CEP 5932

X

Xuereb C., 2006, Mélange de fluides de viscosité élevée, Agitation et Mélange, Xuereb, C., Poux, M., Bertrand, J., Dunod, Paris

Y

Yadav A. S., 2009, Effect of Half Length Twisted-Tape Turbulators on Heat Transfer and Pressure Drop Characteristics inside a Double Pipe U-Bend Heat Exchanger, JJMIE, vol 3, N°1

Yamamoto K., Abe K., Tarumoto A., Nishi K., Kaminoyama M. and Kamiwano M. J., 1998, Chem. Eng. Jpn. 31

Yamamoto T., Kawasaki H., Kumazawa H., 2007, Relationship between the dispersed droplet diameter and the mean power input for emulsification in three different types of motionless mixers, Journal of Chemical Engineering of Japan; Vol. 40, 673-678

Yang H. C., Park S. K., 2004, Pressure drop in Motionless Mixers, KSME International Journal, Vol. 18, N°3, 526-532

Z

Zalc J. M., Szalai E. S., Muzzio F. J., Jaffer S., 2002, Characterization of Flow and Mixing in an SMX Static Mixer, AIChE Journal, Vol. 48, N°3

Zlokarnik M., 2001, Stirring, Theory and Practice, Wiley-VCH

Zlokarnik M., 2005, Stirring Technology, Wiley-VCH, Weinheim

LISTE DES FIGURES

Figure I- 1: Transfert de chaleur entre un fluide froid et un fluide chaud, séparés par une paroi	24
Figure I- 2 : (a) Double enveloppe simple (avec et sans fond), (b) Cuve agitée double enveloppe avec : H=hauteur du fluide, C=position de l'agitateur par rapport au fond ; N=vitesse de rotation ; D=diamètre mobile d'agitation ; T=diamètre de la cuve ; W_b =largeur des chicanes (Chhabra (2003)); (c) Exemples de dispositifs d'échange thermique, géométries améliorées (Mohan.et al. (1992))	26
Figure I- 3 : Echangeur de chaleur tubulaire : (a) Tube simple (monotube); (b) Echangeur de chaleur à calandre ;.....	27
Figure I- 4 : (a) Echangeur de chaleur à plaques Alfa Laval ; (b) Principe d'écoulement (image provenant du site web Alfa Laval : www.alfalaval.com)	28
Figure I- 5 : Echangeur de chaleur à surface raclée : (a) type vertical, Bolliger et al. (1998); (b) Tempéreuse, AASTED Microvert, cf. Afoakwa et al. (2008) ; (c) type horizontal, cf. Maleky et al. (2008)	29
Figure I- 6 : Exemples d'amélioration du transfert thermique pour les échangeurs de chaleur tubulaires.....	31
Figure I- 7 : Présentation de tubes corrugués, utilisés dans les études de Rozzi et al. (2007)	31
Figure I- 8 : Application des mélangeurs statiques-échangeurs dans l'industrie chocolatière : (a) Tempérage du chocolat (b) Mélangeurs statiques SMXL, monotubes ; (images provenant du site web Sulzer : www.sulzer.com)	34
Figure I- 9 : Choix du mobile d'agitation en fonction de la plage de viscosité de travail : 1. Hélice ; 2. Turbine de Rushton ; 3. Ancre ; 4. Ruban hélicoïdal (schéma développé à partir de Niranjana et al. (1994) et Chhabra R.P. (2003)).....	35
Figure I- 10 : (a) Description du profil de température et les résistances d'encrassement dans une cuve agitée double enveloppe RC1 (cf. Choudhury et al.) ; (b) Méthode graphique de Wilson	41
Figure I- 11 : Représentation graphique de la relation entre la quantité de chaleur échangée Q, la puissance dissipée P, $R=Q-P$, et la vitesse d'agitation n (min^{-1}). Le mobile utilisé est une ancre avec $D=1,8\text{m}$, $T=2,0\text{m}$, $V=5,86\text{m}^3$, $\rho=1000\text{kg/m}^3$, $\mu=50\text{kg/m.s}$, $\lambda=2\text{W/mK}$, $C_p=2000\text{J/kgK}$, $A=14\text{m}^2$, $\Delta T=25^\circ\text{C}$, $h_r \approx U$ (cf. Zlokarnik (2005))	48
Figure I- 12 : Effet du transfert thermique sur la distribution de la vitesse du fluide : (a) en tube lisse (d'après Chhabra et Richardson (2008)) : (b) Profil d'écoulement en tube lisse et en mélangeur	

statique (SMXL, Sulzer) (d'après Hierle (1994)) ; (c) Mélangeur statique type SMXL, Sulzer (Fleury (1993))	50
Figure I- 13 : Comparaison de la géométrie des mélangeurs SMX et SMXL de Sulzer et le KMS de Kenics (image d'après Bayer et al. (2005))	57
Figure I- 14 : Comparaison des échangeurs de chaleur : (a) Capacité d'échange thermique par unité de volume pour différents échangeurs de chaleur (Hierle (1994)) avec une viscosité de 10Pa.s et une vitesse du fluide de 1 à 10mm/s ; (b) Capacité d'échange thermique et le temps de séjour correspondant pour différents échangeurs de chaleur (image de Thomas (2008) et Stitt et Rooney (2010))	62
Figure II- 1 : Montage du RC1e et des équipements associés.....	67
Figure II- 2 : Représentation schématique du système d'agitation muni d'une ancre : (a) Coupe verticale ; (b) Coupe horizontale	68
Figure II- 3 : Représentation schématique du système thermostaté.....	69
Figure II- 4 : Régulation de T_j	70
Figure II- 5 : Régulation de T_r	71
Figure II- 6 : Schéma du montage : Réacteur De Dietrich, emplacement des thermocouples et mobile d'agitation Optifoil	74
Figure II- 7 : Présentation des deux designs de SMXL utilisés. Figure à gauche SMXL-B, figure à droite SMXL-E.....	79
Figure II- 8 : Présentation du mélangeur statique SMXL.....	80
Figure II- 9 : Photographie du pilote SMXL.....	82
Figure II- 10 : Schéma du dispositif expérimental	83
Figure II- 11 : Montage des capteurs de température, (la même technique est utilisée pour l'entrée/sortie de capteur de pression différentiel)	84
Figure II- 12 : Circulation des fluides dans le mélangeur statique- montage en contre-courant. Emplacement des thermocouples T_{uE}/T_{uS} =Température entrée/ sortie fluide utilité, T_{pE}/ T_{pS} =Température entrée/sortie fluide procédé.....	85
Figure II- 13 : Variation de la viscosité avec le pH pour plusieurs solutions de Carbopol à 0,5%. Mesure de la viscosité en rhéomètre Brookfield RVT, à 20rpm, $T=20^{\circ}\text{C}$ (d'après Lubrizol)	89
Figure II- 14 : Présentation de la viscosité en fonction de la température pour le Glycérol 98%.....	90
Figure II- 15 : Influence de la température sur la consistance et la contrainte seuil pour le Carbopol 0,1% dans la gamme de $20 < T < 80^{\circ}\text{C}$	92
Figure II- 16 : Contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement pour le Carbopol 0,1%,	93

Figure III- 1 : Schéma du montage du réacteur RC1e	99
Figure III- 2 : Evolution du nombre de Reynolds au cours du refroidissement pour les différentes vitesses d'agitation pour le Glycérol	101
Figure III- 3 : Evolution de la viscosité apparente (a) et du nombre de Reynolds apparent (b) au cours du refroidissement pour les différentes vitesses d'agitation pour le Carbopol 0,1%.....	102
Figure III- 4 : Influence de la vitesse d'agitation sur la régulation de la température de la double enveloppe T_j (a), chaleur dissipée par l'agitation (b)	103
Figure III- 5 : Estimation de l'élévation de la température suite en fonction de la vitesse d'agitation pour le Glycérol à 21°C et $\mu=1,25\text{Pa.s}$	104
Figure III- 6 : Représentation graphique de la relation entre la quantité de chaleur Q , la puissance dissipée P , $R=Q-P$ et la vitesse d'agitation N	105
Figure III- 7 : Profils de température, T_r pour le refroidissement du Glycérol à différentes vitesses d'agitation, $V=0,6\text{L}$ ($H/T=1,6$), $30 \leq N \leq 350\text{rpm}$	106
Figure III- 8 : Représentation de l'énergie consommée et de la durée du refroidissement en fonction de la vitesse d'agitation, Glycérol, $V=0,6\text{L}$, $\Delta T=20, 25$ et 28°C	108
Figure III- 9 : Profils de température, T_r pour le refroidissement du Carbopol à différentes vitesses d'agitation $V=0,6\text{L}$ ($H/T=1,6$), $30 \leq N \leq 100\text{rpm}$	109
Figure III- 10 : Présentation schématique des deux hauteurs de fluide : $H=T$ et $H=1,6T$	109
Figure III- 11 : Profils de refroidissement avec le Glycérol.....	110
Figure III- 12 : Profils de refroidissement avec le Carbopol	110
Figure III- 13 : Profils de refroidissement à $V = 0,36\text{L}$	111
Figure III- 14 : Profils de refroidissement à $V=0,6\text{L}$	112
Figure III- 15 : Durée du refroidissement à vitesse constante, $t=f(N)$, $T_{ri} = 50^\circ\text{C}$ et $T_{r\text{fin}} = 25^\circ\text{C}$	113
Figure III- 16 : Energie dissipée pour le refroidissement à vitesse constante, $E=f(N)$; $T_{ri} = 50^\circ\text{C}$ et $T_{r\text{fin}} = 25^\circ\text{C}$	113
Figure III- 17 : Evolution du coefficient d'échange global avec la température et la vitesse d'agitation	115
Figure III- 18 : Evolution de la puissance dissipée par unité de volume avec la température et la vitesse d'agitation (Glycérol).....	115
Figure III- 19 : Profils de refroidissement avec pilotage du Glycérol pour $V = 0,36\text{L}$	118
Figure III- 20 : Profils de refroidissement avec pilotage du Glycérol pour $V = 0,6\text{L}$	118
Figure III- 21 : Profils de refroidissement avec pilotage du Carbopol pour $V = 0,36\text{L}$	120
Figure III- 22 : Profils de refroidissement avec pilotage du Carbopol pour $V = 0,6\text{L}$	120

Figure III- 23 : Profils de refroidissement du Carbopol et du Glycérol avec le pilotage 30rpm(10min)-100rpm, pour $V = 0,6L$	121
Figure IV- 1 : Schéma du montage du réacteur De Dietrich, emplacement des thermocouples	129
Figure IV- 2 : Représentation de l'écart entre les températures T_r (lignes) et T_f (lignes avec des points) en fonction de la vitesse d'agitation pour : (a) Glycérol ; (b) Carbopol 0,1% (1), $\tau_0 = -0,1315 T(°C)+21,683$, $m = -0,0188T(°C)+4,7917$, $n = 0,427$, pour $20 \leq T \leq 80°C$ et $0,1 \leq \dot{\gamma} \leq 200s^{-1}$; (c) Carbopol 0,1% (2),	131
Figure IV- 3 : Nombre de Reynolds critique pour la gamme étudiée de nombre de Prandtl. A partir des données de T_r et T_f dans la Figure IV- 2 (a), (b) et (c) pour Glycérol (a), Carbopol 0,1% (b) et Carbopol 0,1% (c)	132
Figure IV- 4 : Profils de température T_r pour un refroidissement de $\Delta T_r = 50°C$ (de $80°C$ à $30°C$) pour différentes vitesses d'agitation (Glycérol 98%, $T_j = 25 \pm 2°C$, $V = 60L$, $15 \leq N \leq 170rpm$)	133
Figure IV- 5 : Evolution du nombre de Reynolds au cours du refroidissement, pour les différentes vitesses d'agitation	134
Figure IV- 6 : Profils de température $T_r = f(t)$ du Glycérol, pour $N = 127rpm$ et $170rpm$ et mise en évidence de la dissipation visqueuse	135
Figure IV- 7 : Energie dissipée et durée de refroidissement pour le refroidissement du Glycérol, $T_j = 25 \pm 2°C$	136
Figure IV- 8 : Profils de température, T_r pour un refroidissement de $\Delta T_r = 45°C$ ($T_{r\text{ fin}} = 35°C$) Carbopol (1), avec $\tau_0 = -0,1315T(°C)+21,683$, $m = -0,0188T(°C)+4,7917$, $n = 0,427$ pour $20 \leq T \leq 80°C$ et $0,1 \leq \dot{\gamma} \leq 200s^{-1}$, $T_j = 25 \pm 2°C$	137
Figure IV- 9 : Profils de température, T_r pour un refroidissement de $\Delta T_r = 50°C$ ($T_{r\text{ fin}} = 30°C$), Carbopol (2)	137
Figure IV- 10 : Evolution de la viscosité apparente (a) et du nombre de Reynolds apparent (b) au cours du refroidissement du Carbopol (1)	138
Figure IV- 11 : Evolution de la viscosité apparente (a) et du nombre de Reynolds apparent (b) au cours du refroidissement du Carbopol (2)	138
Figure IV- 12 : Energie dissipée et durée de refroidissement du Carbopol (1), $T_j = 25 \pm 2°C$	139
Figure IV- 13 : Energie dissipée et durée de refroidissement du Carbopol (2), $T_j = 20 \pm 1°C$	140
Figure IV- 14 : Energie consommée et durée de refroidissement du Carbopol (1) et du Glycérol, $T_j = 25 \pm 2°C$,	141
Figure IV- 15 : Influence de la vitesse d'agitation sur le coefficient d'échange global	143

Figure IV- 16 : Evolution du coefficient d'échange local, h_r , côté fluide agité en fonction de la vitesse d'agitation pour les fluides (Glycérol et Carbopol (1) et (2))	144
Figure IV- 17 : Pilotages : 30rpm(1h)-63rpm et 63rpm(1h)-30rpm.....	147
Figure IV- 18 : Profils de température, $N = 63\text{rpm}$ et $N = 170\text{rpm}$, pilotage 63rpm(1h)-170rpm(0,5h)-127rpm (Carbopol (1)).....	150
Figure IV- 19 : Profils de température pour les pilotages : 127(1h)-63rpm et 63(1h)-127rpm pour Carbopol (2).....	150
Figure IV- 20 : Puissance par unité de volume vs le temps (Glycérol)	209
Figure IV- 21 : Puissance par unité de volume vs le temps (Carbopol (1)).....	209
Figure V- 1 : Présentation du facteur de friction, f en fonction du nombre de Reynolds en tube lisse	158
Figure V- 2 : Présentation du facteur de friction en fonction du nombre de Reynolds pour SMXL-E et SMXL-B	160
Figure V- 3 : Comparaison des modèles de cette étude avec ceux de Sulzer	163
Figure V- 4 : Facteur de friction via nombre de Reynolds. Modèles de perte de charge des mélangeurs statiques étudiés dans le cadre de nos travaux et des modèles trouvés dans la littérature.....	164
Figure V- 5 : Profil de température à travers le diamètre du tube, pour un tube lisse et un tube équipé d'un mélangeur statique de type SMXL. T est la température à l'intérieur du flux et T_w est la température de paroi Heierle (1994)	168
Figure V- 6 : Variation du coefficient global avec le débit fluide procédé pour Glycérol. Température de consigne du fluide utilité, $T_u = 10^\circ\text{C}$ et débit du fluide utilité, $\dot{M}_u = 1270\text{kg/h}$	169
Figure V- 7 : Variation du coefficient global avec le débit fluide procédé dans les mélangeurs statiques SMXL (de type SMXL-B et SMXL-E) pour : (a) Le Glycérol ; (b) Le Carbopol 0,1% et (c) Le Carbopol 0,2%	170
Figure V- 8 : Variation du coefficient global avec le débit fluide utilité dans les mélangeurs statiques SMXL (de type SMXL-B et SMXL-E), pour : (a) Le Glycérol, (b) Le Carbopol 0,1% et (c) Le Carbopol 0,2%	171
Figure V- 9 : Evolution du coefficient global de transfert de chaleur en fonction du Reynolds côté « utilité », $\dot{M}_p = 50\text{kg/h}$	173
Figure V- 10 : Evolution du coefficient de transfert de chaleur global en fonction de la vitesse du fluide.....	174
Figure V- 11 : Variation du facteur d'intensification avec le nombre de Reynolds.....	175
Figure V- 12 : Corrélations du nombre de Nusselt en fonction de nombre de Peclet, Pe ($RePr$)	177

Figure V- 13 : Variation de l'énergie dissipée avec le débit massique du fluide procédé.....	180
Figure V- 14 : Exemple de refroidissement (circulation en contre courant): conditions opératoires et valeurs des températures relevées	182
Figure V- 15 : Débit massique vs le facteur de performance thermique (FPT) pour Carbopol 0,1% (a) et Carbopol 0,2% (b)	183
Figure 1 : Organigramme pour l'aide au choix d'un procès de refroidissement.....	196

LISTE DES TABLES

Table I- 1 : Mélangeurs statiques (Images d'après les sites web de Chemineer et Sulzer, et les auteurs : Fasano et Rayans (1988), Bourne et al. (1992), Fleury (1993), Morancais et al. (1999), Zalc et al. (2002))	33
Table I- 2 : Caractérisation énergétique des agitateurs en régime d'écoulement laminaire et estimation de la constante de Metzner et Otto (cf. Shamlou et Edwards (1985, 1989); Espinosa-Solares et al. (1997) ; Desplanches (1999) ; Xuereb et al. (2006))	38
Table I- 3 : Ordres de grandeurs pour les coefficients dans l'équation de Nusselt (Eq. 14). D'après : Uhl (1955), Brooks et Su (1958), Boorne et al. (1960), Chapman et al. (1964), Hagedorn (1965), Strek et al. (1967), Sandall et Patell (1970), Martone et Sandall (1971), Bourne et al. (1985), Fletcher P. (1987), Zlokarnik (2001)	44
Table I- 4 : Exemples de capteurs de température (table modifiée d'après Childs (2002))	45
Table I- 5 : Avantages et désavantages des thermocouples et des thermistances (d'après Goldstein (1998))	47
Table I- 6 : Valeurs de la constante K_γ (cf. Langer et al. (1987), Fleury (1993) et Streiff et al. (1999)) .	54
Table I- 7 : Tableau récapitulatif des données de la littérature pour K_γ , Z et C_1 pour les mélangeurs statiques SMXL, SMX et KMS.....	56
Table I- 8 : Comparaison du mélangeur statique (SMX) avec la cuve agitée pour le mélange de fluides visqueux (d'après Bayer et al. (2005)).....	58
Table I- 9 : Corrélations de la littérature pour le transfert thermique en mélangeurs statiques SMXL et d'autres échangeurs statiques	61
Table II- 1 : Caractéristiques géométriques du système agité	68
Table II- 2 : Paramètres expérimentaux	73
Table II- 3 : Détails techniques concernant le pilote utilisé (données fournies par la société fabricant De Dietrich).....	75
Table II- 4 : Paramètres expérimentaux	78
Table II- 5 : Caractéristiques des mélangeurs statiques utilisés (fournies par la société Sulzer).....	80
Table II- 6 : Description technique auprès de Sulzer. Données procédé : (a) caractéristiques pour SMXL-E et (b) caractéristiques pour SMXL-B. Pour un fluide avec une capacité calorifique égal à	

Cp=2500J/kgK, une conductivité thermique égal à $\lambda=0,15\text{W/mK}$ et une masse volumique de $\rho=1000\text{kg/m}^3$	81
Table II- 7 : Caractéristiques géométriques des tubes d'alimentation. Tube interne de circulation de fluide procédé et tube externe de circulation du fluide utilisé.....	83
Table II- 8: Conditions opératoires	86
Table II- 9 : Caractéristiques rhéologiques du Carbopol 0,1%, cas du modèle rhéologique Herschel-Bulkley	91
Table II- 10 : Propriétés rhéologiques des fluides utilisés et leur thermodépendance	94
Table II- 11 : Propriétés physico-chimiques des fluides utilisés (Semmar et al. (2003))	94
Table III- 1 : Corrélations de la littérature pour le calcul de la constante K_{MO}	100
Table III- 2 : Tableau récapitulatif, fluide Glycérol, $V=0,6\text{L}$, $T_j=20^\circ\text{C}$	107
Table III- 3 : Tableau récapitulatif des valeurs caractéristiques du transfert thermique, de la puissance, de l'énergie consommée et la durée des refroidissements à vitesse d'agitation constante ($T_{r\text{ fin}} = 25^\circ\text{C}$ et $V=0,36\text{L}$ et $0,6\text{L}$)	116
Table III- 4 : Pilotages réalisés, $T_{r\text{ fin}} = 25^\circ\text{C}$	117
Table III- 5 : Energie dissipée et durée de refroidissement pour les pilotages, comparaison selon la vitesse d'agitation constante $N = 100\text{rpm}$, $T_{r\text{ fin}} = 25^\circ\text{C}$	122
Table IV- 1 : Récapitulatif des valeurs caractéristiques du transfert thermique, de la puissance, de l'énergie consommée et la durée des refroidissements à vitesse d'agitation constante ($T_{r\text{ fin}} = 35^\circ\text{C}$)	142
Table IV- 2: Corrélations obtenues à partir de la méthode de Wilson (avec la vitesse d'agitation N en tr/s).....	144
Table IV- 3 : Récapitulatif des pilotages réalisés avec les vitesses d'agitation N_N et les durées t_N correspondantes ($T_{r\text{ fin}} = 35^\circ\text{C}$), pour le Glycérol	146
Table IV- 4 : Energie dissipée et durée de refroidissement pour les pilotages, comparaison selon la vitesse d'agitation « critique » $N = 63\text{rpm}$ pour le Glycérol, $T_{r\text{ fin}} = 35^\circ\text{C}$	146
Table IV- 5 : Récapitulatif des pilotages réalisés avec les vitesses d'agitation N_N et les durées t_N correspondantes ($T_{r\text{ fin}} = 35^\circ\text{C}$) (Carbopol (1) et (2))	148
Table IV- 6 : Energie dissipée et durée de refroidissement pour les pilotages, comparaison selon la vitesse d'agitation « critique » $N = 127\text{rpm}$ (Carbopol (1) et Carbopol (2)) ($T_{r\text{ fin}}=35^\circ\text{C}$)	149
Table V- 1 : Valeurs de la constante K_γ . Comparaison avec les données de la littérature	161
Table V- 2 : Récapitulatif des résultats expérimentaux pour l'étude des pertes de charges	162

Table V- 3 : Modèles de perte de charge et coefficients de pression Z (en régime d'écoulement laminaire) des mélangeurs statiques étudiés dans le cadre nos travaux et de la littérature	165
Table V- 4 : Caractéristiques géométriques et rapports surface/volume des mélangeurs SMXL-E et SMXL-B	168
Table V- 5 : Corrélations de cette étude et de la littérature pour le transfert thermique en régime laminaire dans des mélangeurs statiques SMXL et d'autres mélangeurs statiques	178
Table V- 6 : Récapitulatif des résultats des expériences réalisées à température de fluide utilité, ...	181
Table V- 7 : Récapitulatif, comparaison des performances des deux mélangeurs statiques SMXL-E et SMXL-B. Légende : « ++ » très bon, « + » bon ; « - » pas bon ; « = » identique	185
 Table 1 : Présentation des technologies utilisées	 189
Table 2 : Tableau récapitulatif de comparaison des technologies en batch et en continu	192
Table 3 : Comparaison des performances énergétiques de la cuve agitée et des configurations mixtes cuve agité et mélangeur statique (SMXL-E et SMXL-B) pour le refroidissement de 60L Carbopol 0,1% de $T_i=50^{\circ}\text{C}$ à	194